

R A P P O R T

fra ekstraksjonsforsök
i Esbjerg 2.8.-4.8.1954

ved Einar Sola.

Rapport fra ekstraksjonsforsök
i Esbjerg 2.8.-4.8.1954.

ved Einar Sola.

For å få nærmere undersøkt brukbarheten av våtekstraksjon med perkloretylen på forskjellige råstoffer, ble der i juni 1953 gjort endel forsök med et kontinuerlig pilotanlegg ved Harburger Eisen und Bronzewecke (HFB), Hamburg, (se rapport fra disse forsök). Det viste seg da at levergrakse, sild og vanlig fisk nokså godt lot seg opparbeide i et slikt anlegg til et mel med lavt fettinnhold. Rund pigghå lot seg imidlertid vanskeligere opparbeide til et fettfattig mel. En årsak til dette kan være at ved den kontinuerlige prosess avsluttes ekstraksjonen ved et svært høyt vanninnhold i stoffet (mellom 50 og 60 %). Fra vanlig produksjon med koking og pressing vet en dessuten at ved pigghå blir fettene dårlig frigjort ved vanlig koking, og dette kan også være årsaken til den dårlige fettekstraksjon.

Det kan altså tenkes at ekstraksjonen vil bli bedre hvis f.eks. fettene på forhånd kan bedre frigjøres ved koking under trykk, eller hvis alt vannet fjernes før ekstraksjonen avsluttes. I et diskontinuerlig HFB-våtekstraksjonsanlegg kan ekstraksjonen foregå på nevnte måter, og det var derfor nærliggende å prøve et slikt anlegg spesielt med pigghå.

Kvalheim & Co., Måløy, som eksporterer store mengder pigghå, og derfor produserer forholdsvis store mengder pigghålever og -avfall, var også denne gang sterkt interessert i å få utført slike forsök, og var villig til å dekke alle omkostninger i den forbindelse.

Esbjerg Ködfodermelfabrik, Esbjerg, har et diskontinuerlig HFB-våtekstraksjonsanlegg, og da dette anlegg var det som lå mest hensiktsmessig til for å få gjennomført nye forsök, ble der gjennom HFB opptatt kontakt med denne fabrikk. En ble der mött med den største elskverdighet og forsökene ble besluttet gjennomført i begynnelsen av august.

Råstoff:

Som foran nevnt avsluttes ekstraksjonen ved den kontinuerlige prosess mens stoffet enda inneholder forholdsvis mye vann (50-60 %). Ved den diskontinuerlige prosess avsluttes derimot vanligvis ikke ekstraksjonen før stoffet inneholder under 10 % vann, altså ferdigtørket. Både tider og temperaturer blir noe forskjellige ved de to produksjonsmetoder. Det er derfor mulig at produktenes egenskaper kan bli noe forskjellige alt etter hvilken metode som nyttes. En fant det derfor riktig å gjøre forsøk med samtlige de råstoffer som våteextraksjonsmetoden er mest aktuell for, nemlig levergrakse, fiskeinnvoller og rund pigghå.

Da det i dette tilfelle spesielt gjaldt råstoffer av pigghå som det vanskelig kunne skaffes tilstrekkelige mengder av i Esbjerg, besørget Kvalheim & Co. disse oppsamlet i tilstrekkelige mengder i Måløy og sendt med en av firmaets båter til Esbjerg. Ved et eventuelt ekstraksjonsanlegg i Måløy må en regne med at råstoffet vil være i forskjellig forfatning ved produksjonen. En vil f.eks. kunne få helt fersk levergrakse og gammel grakse i mer og mindre dårlig forfatning. Det samme gjelder fisk og innvoller. En fant det derfor ikke nødvendig å gjøre ekstra foranstaltninger for å få absolutt ferskt råstoff til forsøkene, men en anså det riktig å få ihvert fall grakse av forskjellig ferskhet. Dampgrakse av pigghålever holder seg svært lenge uten spesiell tilsats av konserveringsmiddel, antakelig av samme grunn som ved rund pigghå, nemlig at den store NH_3 -dannelse som er typisk ved denne fiskeart virker konserverende. Et parti grakse ble likevel konservert helt fersk med nitrit for om mulig også å få forsøk med grakse av noenlunde samme kvalitet som da den ble fyllt i tønnene.

Følgende råstoffer ble derfor sendt til Esbjerg:

- Nr. 1. 1552 kg ukonservert grakse i åpne jernfat, produsert umiddelbart før avsendelse, og ca. 8 døgn gammel ved produksjonen i Esbjerg. (litt lukt av NH_3 ellers bra).
- Nr. 2. 1591 kg grakse konservert helt fersk i jernfat med 200 g nitrit pr. hl., ca. 25 døgn gammel ved produksjonen i Esbjerg. (noe NH_3 -luk, godt utseende).

- Nr. 3. 1516 kg ukonservert grakse på jernfat, ca. 35 døgn gammel ved produksjonen i Esbjerg. (Luktet endel NH_3 , ellers bra)
- Nr. 4. 1355 kg ukonservert rund pigghå i åpne jernfat ca. 10 døgn gammel ved produksjonen i Esbjerg. (Noe NH_3 -lukt, konsistensen god).
- Nr. 5. 1867 kg innvoller av pigghå ukonservert på jernfat, ca. 35 døgn gammel ved produksjonen i Esbjerg. (Sterk NH_3 -lukt, konsistensen bra).

Råstoffprøver ble bare tatt av grakse da en anså det ugjørlig å få pålitelig gjennomsnittsprøve av rund hå og innvoller slik som forholdene var. Grakseprøvene ble frosset ned og sendt til Bergen med Kvalheims båt sammen med tørris i isolert kasse. Prøvene kom fram i god frossen tilstand og ble satt inn på fryselager ved $+ 20^{\circ}\text{C}$ til de ble tatt ut for analyse.

Produksjonsrapport:

I forbindelse med de rent driftsmessige observasjoner var det også ønskelig å få målt dampforbruk og tap av ekstraksjonsmiddel. Imidlertid var der ikke mulighet for å få gjort noen av disse målinger på en rimelig måte. For dampforbruket hadde heller ikke fabrikken noen oppgaver fra sin vanlige produksjon ved ekstraksjonsanlegget, da kjelanlegget også leverer damp til annen samtidig pågående produksjon. For pertapene hadde fabrikken oppgaver som lå svært høyt i forhold til det som oppgis fra andre fabrikker.

Anlegget hadde 2 ekstraktører som hver tok 1500-2000 kg råstoff.

Produksjonen foregikk under ledelse av ingeniør Sanner fra HEB, og ble nøye fulgt av herr Isak Kvalheim og undertegnede. Forsøkene ble også med interesse fulgt av ingeniør Rasmussen og disponent Pedersen fra Ködfodermelfabriken. Forsøkene begynte 2.8. og ble avsluttet 4.8. og forløp på følgende måte.

Kok nr. 1 (ekstraktør 2) omfattende råstoff nr. 1.

Fatene med grakse var på forhånd tatt inn i råstoffrommet og plasert i nærheten av nedløpene til ekstraktørene. Påfylling av grakse i ekstraktøren som ble gjort av to mann, begynte kl. 15⁴⁵ og var ferdig på 10 min. (15⁵⁵). Derpå ble lokket på nedløpet

skrudd på, fyllingen oppvarmet til ca. 100°C og passende mengde PER fylt på ekstraktören (fyllingen kontrollertes i glass på ekstraktören). Dessverre måtte tørkingen avbrytes fra kl. 16^{10} i ca. $2\frac{1}{2}$ time på grunn av motorskade ved kjelanlegget. Første tørkeperiode som hadde en varighet på ca. 35 min. ble avsluttet kl. 19^{10} . Derpå ble første miscella avsilt og pumpet gjennom filter til destillasjonsanlegget. Ren PER ble derpå fylt på ekstraktören og tørkingen fortsatt til temperaturen i avdampen var steget til ca. 104°C . Denne siste tørkeperiode varte ca. $2\frac{1}{3}$ time. Derpå ble miscellaen avsilt og pumpet over til destillasjonsanlegget.

Ved vanlig produksjon med 2 utvaskinger brukes miscellaen fra 2.gangs vasking til 1.gangs vasking av ny charge, hvorved oppnås bedre driftsøkonomi. Ved disse forsøkene kunne en imidlertid ikke gjøre det på denne måten, da det var av interesse å få utvunnet all olje separat fra hver charge. 2.gangs miscella (misc.II) gikk derfor sammen med 1.gangs miscella (misc.I) i destillasjonsanlegget.

Etter avsiling av misc.II ble så restene av PER i stoffet avdrevet ved videre oppvarming under innledning av direkte damp i massen, ved en temperatur omkring 95°C . Denne avdamping varte i 25 min. Selve tömningen av melet fra ekstraktören tok ca. 5 min. Samlet oversikt over tørke- og ekstraksjonsforløpet er gjengitt i vedlagte tabell 1.

Melet var svært mørkt og besto utelukkende av svært små kuler av størrelse og utseende som nepefrö (ca. 1 mm diam.). Der var ingen lukt av PER av melet etter tömningen. Senere på dagen ble melet malt. Det ble da svært mye lysere, og samtidig kom der fram en ganske merkbar PER-lukt. Selv om melet luktet PER-fritt etter tørkingen har der altså vært innesluttet endel PER i kulene.

I destillasjonsanlegget ble PER destillert av fra miscellaen under vakuum og ved innledning av noe direkte damp. Temperaturen holdt under hele destillasjonen mellom 60 og 70°C . Ved slutten av destillasjonen steg temperaturen til ca. 85°C før destillasjonen ble avbrutt og ansett for ferdig. Oljen som virket mørk og uren ble tappet over til separatorrommet og separert på vanlig måte i en Titan oljeseperator. Den ble da ren og betraktelig lysere av farge. I betraktning av råstoffets alder og tilstand må fargen på oljen sies å være meget bfa.

Produksjonen ga følgende resultat:

Forbrukt råstoff: 1552 kg
Melutbytte: 210 " = 13,6 %
Oljeutbytte: 257 " = 16,6 %
Samlet produksjonstid: 4 1/3 time.

Der ble tatt ut prøver av mel og olje for nærmere analyse. Resultatet av disse analyser er gjengitt i tabell 2. Oljeutbyttet syntes noe lavt i betraktning av at råstoffet er upresset grakse. Eventuelle fettap kan imidlertid ikke forekomme andre steder enn under separeringen og det viste seg da også ved senere undersøkelser at så kan ha vært tilfelle.

Kok nr. 2 (ekstraktør 1) omfattende råstoff nr. 2.

Framgangsmåten var her den samme som ved kok nr. 1, bare med den forskjell at der ble benyttet en annen ekstraktør maken til den som ble brukt ved kok nr. 1. Produksjonen forløp helt uten forstyrrelser. Oversikt over produksjonsforløpet er gjengitt i tabell 1.

Tørkingen ble ved dette forsøket avsluttet da avdamptemperaturen var steget til 98°C. Etter hvert som stoffet begynner å bli tørt vil avdamptemperaturen stige.

Med noen øvelse vil en da ved å følge avdamptemperaturen kunne avbryte tørkingen ved passende fuktighet i melet. Ved kok nr. 1 kjentes melet noe tørt ut, hvorfor kok nr. 2 ble stoppet ved noe lavere avdamptemperatur.

Melet virket denne gang en god del fuktigere, men etter ingeniør Sanners mening ikke for fuktig, (hvilket en tillot seg å betvile). Fargen var omtrent som ved kok nr. 1. Oljen var en del mørkere enn ved kok nr. 1.

Produksjonen ga følgende resultat:

Forbrukt råstoff: 1590 kg
Melutbytte: 214 " = 13,5 %
Oljeutbytte: 262 " = 16,5 %
Samlet produksjonstid: 4½ time.

Prøver av mel og olje ble tatt. Resultatet av analysene av disse er gjengitt i tabell 2.

Kok nr. 3 (ekstraktør 1) omfattende råstoff nr. 3.

Framgangsmåten her var også som ved de foregående, og produksjonen forløp helt uten forstyrrelser. Produksjonsforløpet er

gjengitt i tabell 1.

Törkingen ble ved dette kok avbrutt ved avdamptemperatur 96°C. Melet ble tatt ut, men viste seg å være så fuktig at en senere fant det riktig å ta det tilbake til ekstraktören og tørke det om igjen. Først ble der imidlertid tatt ut en prøve av melet da en mente det kunne være av interesse å få undersøkt hvordan f.eks. vitaminene bevares under tørkingen. Der ble også tatt ut prøve etter omigjen-törkingen. Melet var også her mørkt av farge, og svært likt de foregående.

Oljen var etter separeringen svært lys, like lys som ved kok nr. 1.

Ved dette kok ble notert temperaturforløpet ved ekstraksjon og destillasjon. Resultatet er gjengitt i tabell 3, og fig. 1.

Produksjonen ga følgende resultat:

Forbrukt råstoff:	1516 kg
Melutbytte (för omtörking):	323 " = 21,4 %
Oljeutbytte (etter separering):	101 " = 6,7 %

Oljeutbyttet er enda mindre ved dette forsök enn ved de foregående. Det viste seg da også ved senere undersøkelser at tapet må være oppstått under separeringen. Etter det som kom fram ved nøyere undersøkelser er årsakene antakelig skitten separatorokule og ukyndig betjening. Den kyndige betjening hadde nemlig frafall, og der var satt inn en forholdsvis uerfaren i hans sted.

Kok nr. 4 (omfattende råstoff nr. 4 rund pigghå).

Pigghåen ble fylt hel i ekstraktören. Derpå ble den oppvarmet og kokt under trykk (1 atmosf) for som tidligere nevnt å få fett bedret frigjort. Derpå ble trykket avblåst, PER påfylt og produksjonen fortsatt på samme måte som ved de foregående kok.

Törkingen ble avbrutt ved avdamptemperatur 98°C. Produksjonsforløpet er gjengitt i tabell 1.

Melet var fnokket og lyst av utseende. Det luktet svakt av PER. PER-avdrivingen kunne derfor ha vart noe lenger.

Separeringen av oljen gikk også her svært dårlig. Årsakene må også her sies å være de samme som ved kok nr. 3.

Produksjonen ga følgende resultat:

Forbrukt råstoff:	1355 kg
Melutbytte:	285 " = 21,- %
Oljeutbytte:	136 " = 10,- %

Analyseresultatene av mel- og oljeprøvene er gjengitt i tabell 2.

Kok nr. 5 (omfattende råstoff nr. 5, pigghåinnvoller).

Framgangsmåten var her som ved kok nr. 4, men trykkokingen viste seg i dette tilfelle uheldig idet massen limet svært og baller seg sammen ved inndampingen. Det ble derfor vanskeligere å drive av PER etter avsilingen av miscellaen. Ved tömningen kom stoffet ut fra ekstraktören i store seige klumper som ved avkjøling ble steinharde, men lot seg male forholdsvis lett. Det malte mel ble svært lyst og pent av utseende, lysere enn graksemelene. PER-lukt kunne knapt spores.

Oljen ble helt svart på farge og lot seg i det hele tatt ikke separere. I dette tilfelle ble separatoren betjent av en ekspert som imidlertid snart erklærte at det ikke ville være mulig å kunne separere slammet fra denne oljen i vanlige oljeseparatorer. En antar dette må henge sammen med råstoffets alder og tilstand. Oljen ble veiet før separeringen.

Produksjonen ga følgende resultat:

Forbrukt råstoff:	1867 kg
Melutbytte:	165 " = 8,9 %
Oljeutbytte (før separering):	91 " = 4,9 %

Analyseresultatene av mel og olje er gjengitt i tabell 2.

Diskusjon.

Driftsmessig må en si at produksjonen gikk meget bra for samtlige råstoffer. Innvollene skapte noen mindre vanskeligheter, vesentlig på grunn av manglende erfaringer med dette råstoff. Ved å sløyfe trykkokingen ville en antakelig unngått disse vanskelighetene idet limingen og sammenballingen da muligens ikke ville blitt så sjenerende. I alle fall behøver ikke disse forhold å spille noen rolle for produksjonen når en er oppmerksom på dem på forhånd.

Avdampingen av PER fra melet kunne nok vært drevet endel lenger for å få bort de siste rester av PER. Melet fra innvollene som var dampet i nesten en time luktet nesten ikke PER, selv etter maling, mens dette var tilfelle med samtlige de andre mel. Mel fra

Kok nr. 1 luktet ikke PER för maling, men ganske merkbart etter maling. Endel PER har altså vært innesluttet i småhaglens som melet besto av etter tørkingen.

Kapasiteter.

Av tabell 1 framgår det at ved charger på ca. 1500 kg blir hele chargetiden ca. $4\frac{1}{2}$ time. Av denne tiden medgår 5 % til fylling av råstoff på ekstraktören, 7 % til forvarming av råstoffet, 11 % til avsiling av miscella og 17 % til avdamping av PER fra melet, mens selve tørkingen og ekstraheringen dekker 60 % av chargetiden. Det er rimelig å anta at lengden av alle disse perioder unntatt tørkeperioden, vil variere proporsjonalt med chargestørrelsen. Tørkeperioden vil også variere proporsjonalt med chargestørrelsen, forutsatt samme vanninnhold i råstoffet, men variasjoner i vanninnholdet vil også influere på tørketiden. Vanninnholdet i råstoffet vil kunne variere ganske meget alt etter fettinnholdet. Ved fiskeråstoffer vil en kunne få variasjoner fra 60 til 80 % vann, og en skulle da kunne regne med å få følgende

Chargetider ved ca. 1500 kg fylling:

Ved vanninnhold i råstoff:	60 %	70 %	80 %
Tørking og ekstraksjon:	164 min.	193 min.	220 min.
Fylling, oppvarming, avsiling, avdmp.	<u>110 "</u>	<u>110 "</u>	<u>110 "</u>
	274 min.	303 min.	330 min.
	= $4\frac{1}{2}$ t.	= 5 t.	= $5\frac{1}{2}$ t.
Tørketid i % av chargetid:	<u>60 %</u>	<u>63,5 %</u>	<u>67 %</u>

Ved hel fisk vil innholdet av fettfritt tørrstoff vanligvis ligge på ca. 20 %. Fettinnholdet i pigghå ligger vanligvis på ca. 15 %, i vintersild 7-15 %. Ifølge tabell 2 skulle en for grakse kunne regne med ca. 62 % vann, 25 % fett og ca. 13 % fettfritt tørrstoff. I tabell 4 er satt opp de forskjellige råstofforhold en vil få f.eks. i Måløy og hvilke kapasiteter en kan regne med ved et anlegg med 1500 kg fylling og 2 gangers ekstraksjon. (Melet forutsettes holde 10 % vann og 2 % fett).

Art	Råstoff:			Kapaciteter:		
	Vann- innh. %	Fett- innh. %	Fettfr. törrst. %	Råstoff kg/24 t	Mel kg/24 t	Olje kg/24 t
Levergrakse	61	26	13	8000	1180	2055
Innvoller	85	5	10	6400	730	305
Innvoller	80	6	14	6600	1050	375
Rund pigghå	66	14	20	7600	1730	1030
Sild	65	15	20	7600	1730	1105
Sild	70	10	20	7100	1610	675
Fisk	74	6	20	6800	1550	375
Pigghåoder	77	3	20	6700	1520	170

En ser at for kapasiteten spiller det ganske stor rolle hvilket råstoff som kommer på tale.

Betjening.

Som foran nevnt ble fyllingen av råstoff i ekstraktörene besørget av 2 mann. Fylleperioden utgjør imidlertid som nevnt bare ca. 5 % av chargetiden. Resten av chargetiden var nevnte 2 mann opptatt med flåing av dyrekadaver og frambringelse av råstoff til nedløpene til ekstraktörene. Fabrikken arbeider vanligvis med slakthusavfall og dyrekadaver og hadde derfor et stort råstoffrom helt avskilt fra selve produksjonsanlegget. Foruten at råstoff ble lagret i dette rommet, foregikk her også flåing og oppdeling av dyrekadavere.

Betjeningen av selve ekstraksjonsanlegget (pass av de 2 ekstraktörene, destillasjon, tömning av ekstraktörer, etc.) klarer 1 mann ganske lett. Der er imidlertid ikke tvil om at et anlegg for fiskeråstoff vil kunne gjøres adskillig mer rasjonelt med hensyn til betjening, idet råstoffyllingen vil kunne gjøres ved hjelp av mateapparat fra bunge eller silo. Fyllingen vil da kunne besørges av betjeningen for ekstraksjonsanlegget og de 2 mann til fyllingen vil derfor kunne elimineres.

Tömningen av ekstraktörene og transporten av melet over til mølleanlegget vil kunne foregå helt automatisk uten behov for manuell arbeidskraft. Det blir imidlertid vanskelig å unngå manuelt arbeid i forbindelse med sekking og arbeid på mellager. Dessuten

vil et slikt ekstraksjonsanlegg alltid kreve et dampanlegg som også krever en viss manuell betjening, selv om der ved dette er gjort utstrakt bruk av automatikk. En anser det derfor for lite rimelig at en vil kunne klare seg med mindre enn 2 mann til å betjene et helt anlegg med 2 ekstraktører og av størrelse som foran nevnt. Betjeningen av selve ekstraksjonsanlegget vil 1 mann kunne klare selv med større ekstraktører og dermed større kapasitet. Bestemende for betjeringens størrelse blir i grunnen bare arbeidet på mellageret som vil øke med økende produsert melmengde.

Det er klart at for betjeningen er det ingen fordel at anlegget er delt opp i flere enheter. Det er klart at det er lettere å betjene et anlegg med bare 1 ekstraktør med kapasitet f.eks. 18 tonn/dögn enn et anlegg med 2 ekstraktører a 9 tonn/dögn. Med anlegg med 1 ekstraktør skulle 2 mann kunne klare ganske store kapasiteter, antakelig opptil 40-50 tonn råstoff/dögn. En ser da bort fra arbeid med råstoffet før det kommer til matesiloen.

Analyseresultater.

Av grunner som nevnt tidligere ble der tatt råstoffanalyser bare av graksepartiene. Analysene er gjort av Analyseavdelingen, Vitaminavdeling og Avdeling for industriell tilvirkning ved Fiskerilaboratoriet.

Analyseresultatene er gjengitt i tabell 2 og det framgår av denne at vanninnholdet i grakse varierer fra 60,4 til 63,2 %, g.j. snitt 61,6 %. (Graksepartiet ved forsøkene 1953 viste 64,3 % vann). Fettinnholdet varierer mellom 23,6 og 27,2 %, g.j. snitt 25,2 %. (Forsøkene 1953 viser 23,8 % fett). Fettfritt tørrstoff varierer fra 12,4 til 13,9 %, g.j. snitt 13,2 %. (Forsøkene 1953 viser 11,9 %). I tabell 5 er satt opp innholdet av vitaminer i forskjellige råstoffer (for sammenlikningens skyld):

Tabell 5:

	Vit. B ₂ µg/g	Vit. B ₁₂ µg/g	Pantotensyre µg/g
<u>Grakse av pigghålever:</u>			
Gj.snitt 3 prøver juli 1954	3,7	0,19	13,3
Enkel prøve mai 1953	3,5	0,083	17,6
<u>Rund pigghå:</u>			
Enkel prøve mai 1953	2,3	0,039	6,0
<u>Sild (stor- og vår-):</u>			
Gj.snitt iflg. O. Brækkan	2,6	0,11	9,3
<u>Makrell (mai):</u>			
Gj.snitt iflg. O. Brækkan	5,7	0,14	10,7

Som det sees er grakse av pigghålever forholdsvis rik på B-vitaminer, mens rund pigghå ligger mindre bra an.

Melanalysene (Tabell 2) viser endel variasjoner i de forskjellige konstanter. Fettinnholdet er 0,7 % i kok nr. 1, mens det i kok nr. 2 og 3 er en god del høyere til tross for at råstoffarten og mengdeforholdene ved ekstraksjonen er de samme. Kok nr. 2 viser hele 5 % fett. Nedenfor er oppstillet fettinnholdet i törrstoffet i de forskjellige melprøver:

	Kok nr.	1	2	3a	3b	4	5
Vann i mel (%)		11,4	19,0	35,0	9,4	14,0	5,6
Fett i törrstoff (%)		0,8	6,2	3,1	3,0	2,4	1,6

Det framgår av oppstillingen at det kan ikke bare være det forholdsvis høye vanninnhold i melet ved avsluttet ekstraksjon som er årsak til det høye fettinnhold ved kok nr. 2. Ved kok nr. 3 var vanninnholdet i stoffet ved avsluttet ekstraksjon hele 35 %, men likevel er der ikke igjen mer enn 3,1 % fett i törrstoffet, mot 6,2 ved kok nr. 2 hvor vanninnholdet er 19 %. Ekstraksjonen av graksen er altså forholdsvis fullstendig selv ved vanninnhold på 35 % i melet (dette stemmer bra med resultatene fra forsökene 1953). Råstoffet til samtlige 3 kok er grakse av litt forskjellig alder. Den eneste forskjell ellers er at nr. 2 er konservert med nitrit,

og det kan tenkes at dette kan være årsaken til den dårligere ekstraksjon i dette tilfelle, (f.eks. på grunn av konsistensforandringer i råstoffet).

Ellers vil en bemerke at fettinnholdet i melet av rund pigghå også er forholdsvis lavt, og det skulle dermed være vist at rund pigghå meget godt lar seg opparbeide til et fettfattig mel ved diskontinuerlig våtekstraksjon. Der burde vært kjørt 2 charger med rund pigghå, begge med nedtørking til ca. 10 % vann, men den ene med og den andre uten trykkoking i starten, hvorved en kunne fått bedre fastlagt betydningen av trykkoking og tørrhetsgrad for ekstraksjonen.

Nedenfor er oppsatt en oppstilling over hvordan innholdet av forskjellige stoffer er i det fettfrie tørrstoff i melet:

Kok nr.	1	2	3	4	5	
Råstoff	Ukons.gr. 8 d.g.	Kons.gr. 25 d.g.	Ukons.gr. 30 d.g.	Rund hå 10 d.g.	Innvoller 35 d.g.	
			a	b		
Aske:	(%) 6,7	9,0	7,5	7,9	10,7	14,6
Flykt.N beregnet som NH ₃	" 0,72	1,40	2,50	1,56	0,61	0,53
Urinstoff	" 0,88	1,10	0,00	0,19	0,99	0,07
Protein	" <u>66,0</u>	<u>76,10</u>	<u>72,8</u>	<u>69,0</u>	<u>78,0</u>	<u>73,5</u>
Sum	(%) 74,3	86,6	82,8	78,6	90,3	88,7
Diff.	(%) 25,7	13,4	17,2	21,4	9,7	11,3

Oppstillingen foran viser en del lavere proteininnhold (beregnet ut fra differansen mellom total N og flyktig N + urinstoff N) for graksemel nr. 1 enn for de andre. En legger også merke til at proteininnholdet i kok nr. 3 synes å være redusert ved om igjen tørkingen. Kok nr. 2 og 3 a som begge er avsluttet ved høyere vanninnhold i melet enn kok nr. 1 og 3 b har begge forholdsvis høyt proteininnhold. Imidlertid er materialet for lite fyldig til at en herav uten videre kan slutte at der foregår en spalting av ikke flyktige kvelstoffholdige stoffer under tørkingen. Dessuten kjenner en for lite til den virkelige råstoffsammensetning.

En bemerker også at melet fra kok nr. 2, hvor råstoffet er konservert grakse, har endel høyere proteininnhold enn f.eks. 3 a. Proteinet synes derfor å være bedre bevart ved konserveringen, hvilket er rimelig.

Innvollmelet viser noe høyere askeinnhold enn f.eks. mel av rund pigghå. Det kan synes rart at så er tilfelle, men det kan ha sin naturlige forklaring i mageinnholdet som hos pigghå kan bestå av mye rart, som f.eks. sand o.l.

Ammoniakkinnholdet er forholdsvis høyt i samtlige mel og viser tydelig stigning med vanninnholdet. Urinstoffinnholdet varierer svært meget, alt etter alderen på stoffet. I det 4-5 uker gamle stoffet er der praktisk talt intet urinstoff igjen.

I tabell 6 er vitamininnholdet i forhold til fettfritt tørrstoff angitt/¹⁰¹forskjellige mel produsert etter forskjellige metoder. I samme tabell er også angitt hvordan vitaminene bevares ved de forskjellige produksjonsmetodene, og dette må en kunne anta er en god indikator for metodens skånsomhet.

Det framgår av tabellen at mel av pigghålevergrakse er forholdsvis rikt på B-vitaminer, særlig da mel framstillet ved kontinuerlig våtekstraksjon. Ved forsøkene i Esbjerg (diskontinuerlig ekstraksjon) taptes over 50 % av vitamininnholdet under produksjonen. Kok nr. 3 viser at tørkingen har ganske stor innflytelse på vitaminene. Det er ganske tydelig at innholdet av samtlige vitaminer er blitt betydelig redusert under omigjen-tørkingen. Det mel som ble tatt ut ved et vanninnhold på 35 % viser adskillig høyere vitamininnhold og -bevarelse enn alle de andre graksemel. Av utbytteprosentene framgår det også at den kontinuerlige ekstraksjonsprosessen er adskillig skånsommere enn den diskontinuerlige.

Pigghå-innvollene gir som en ser et mel som er forholdsvis rikt på B₂ og B₁₂ men fattig på pantotensyre. Da proteininnholdet og proteinfordøyeligheten også er forholdsvis høy, må en si at innvollmelet er ganske verdifullt.

Rund pigghå gir et mel som inneholder forholdsvis mye B₂ og pantotensyre men mindre B₁₂. Proteininnholdet er også noe mindre enn for sildemel (hølmel). Stort sett må en vel derfor si at pigghåmelet ikke er fullt så verdifullt som sildemel. Også her bemerker en den adskillig bedre bevarelse av vitaminene ved kontinuerlig ekstraksjon enn ved diskontinuerlig. Gjenvinningsprosenten for forsøkene i Esbjerg er imidlertid ikke helt pålitelige da en som tidligere nevnt ikke fikk råstoffprøver. En har derfor lagt til grunn råstoffanalysene fra forsøkene 1953 for beregningen av gjenvinningsprosenten, og gått ut fra at vitamininnholdet i pigghåen var det samme også ved forsøkene i Esbjerg, hvilket en selvsagt ikke kan være helt sikker på.

Tilslutt er der i tabell 6 angitt hvordan vitaminforholdene blir ved forskjellige produksjonsmetoder for sild. Det som har interesse å se nærmere på i den forbindelse er bevarelsen av vitaminene under produksjonen. En ser da at den kontinuerlige våtekstraksjonsprosess synes å ligge fullt på høyde med de vanlige helmelsprosessene for sild.

Oljeanalysene.

Det framgår av tabell 2 at konserveringen av graksen har vært avgjort en fordel for oljekvaliteten med hensyn til fri fettsyre. Den høye fri fettsyre i oljen fra innvollene viser at råstoffet har vært i mindre bra forfatning. Ellers er innholdet av uforsåpbart som en skulle vente. Jodtallet ligger jevnt for samtlige råstoffer, men endel høyere enn ved forsøkene 1953 da det lå på 99 for graksetran og på 114 for rund pigghåolje. Det må antas å være årstiden som bevirker denne forskjell.

Med hensyn til fargen bemerkes at den konserverte grakse har gitt en mørkere olje enn både den ferske og den gamle ukonserverte.

Oljen fra rund pigghå har både forholdsvis lavt innhold av fri fettsyre og er lys på farge.

Innvoll-oljen må derimot sies å være av meget dårlig kvalitet.

I etterfølgende oppstilling er beregnet vitamin A i graksen i forhold til fettinnholdet i graksen og sammenholdt med vitamin A-innholdet i ekstrahert tran:

	Forsøk 1953			Forsøk 1953
	1	2	3	
	----	----	----	-----
Vitamin A i fett i rås. .	1910	1980	1610	2420
" A " utvunnet tran	1830	1930	2360 (?)	2140

Som en ser bevares vitamin A meget godt under prosessen.

Materialbalanser.

I tabell 7 er satt opp tørrstoff- og fettbalanse for forsøkene i Esbjerg. Det framgår av denne at melutbyttene for kok nr. 1 og 2 ligger adskillig under det det burde være etter råstoffanalysen. Kok nr. 3 stemmer derimot forholdsvis bra med det teoretiske. I forsøksbeskrivelsen foran vil en se at både kok nr. 1 og 2 er første

charge i hver sin rengjorte ekstraktör, mens kok nr. 3 kommer etter nr. 2 i samme ekstraktör. Ved tömningen av kok nr. 1 og 2 ble ikke ekstraktörene så omhyggelig rengjort som de var på forhånd. En kan derfor regne med at noe mel er blitt liggende igjen fra charge til charge. Derfor vil melutbyttet bli for lavt ved kok nr. 1 og 2, mens nr. 3 vil ligge omkring det riktige.

Fettbalansen viser at store mengder olje er gått tapt. Dette kan ikke ha skjedd andre steder enn ved separeringen, som tidligere nevnt.

Konklusjon.

Konklusjonen fra disse forsökene blir i korthet at levergrakse, rund pigghå og pigghåinnvoller meget godt lar seg opparbeide til et fettfattig mel på diskontinuerlig HEB-våtekstraksjonsanlegg. Metoden synes imidlertid ikke å være særlig skånsom for B-vitaminene. Den er adskillig mindre skånsom enn den kontinuerlige HEB-våtekstraksjonsprosess og de vanlige helmelmetoder for sild og fisk. A-vitaminet bevares imidlertid meget bra også ved diskontinuerlig ekstraksjon.

Der kan ikke være tvil om at tørketiden eller oppholdstiden sammen med PER ved temperaturer mellom 90 og 100°C, har stor betydning for bevarelsen av B-vitaminene. Denne tiden bör antakelig være kortest mulig.

En hadde inntrykk av at der under forsökene ble benyttet kortere avdampningstider for PER fra melet enn det som er vanlig i praksis. Derfor luktet også de fleste av forsöksmelene av PER.

Skal PER avdrives bedre enn ved disse forsökene, må dette nødvendigvis etter det som foran er sagt resultere i en ytterligere reduksjon av vitamininnholdet.

Tabell 1. Oversikt over produksjonsforløp.

Dato:	2/8	2/8	3/8	3/8	3/8
Kok nr.	1	2	3	4	5
Råstoffmengde (kg)	1552	1590	1516	1355	1867
Vann i råstoff (kg)	980	960	930	ca. 900	1610

	Beg. kl.	Slutt kl.	Tid min.	Beg. kl.	Slutt kl.	Tid min.	Beg. kl.	Slutt kl.	Tid min.	Beg. kl.	Slutt kl.	Tid min.	Beg. kl.	Slutt kl.	Tid min.
Påfylling av råstoff	1545	1555	10	1830	1840	10	0845	0900	15	1035	1050	15	1315	1335	20
Oppvarming	1555	1640	15	1840	1900	20	0900	0925	25	1050	1105	15	1335	-	-
Tilsetting av PER tørking I	1840	1910	30	1900	1935	35	0925	1000	35	1115	1155	40	-	-	180
Avtapping miscella I	1910	1925	15	1935	1945	10	1000	1010	10	1155	1205	10	-	1635	-
Tilsetting av PER tørking II	1925	2145	140	1945	2205	140	1010	1220	130	1205	1355	110	1635	1850	135
Avtapping miscella II	2145	2210	25	2205	2220	15	1220	1240	20	1355	1410	15	1850	1905	15
Avdamping	2210	2235	25	2220	2300	40	1240	1310	30	1410	1435	25	1905	2000	55
Uttømming av mel	2235	2240	5			5			5			5			5

Samlet produksjonstid: min.	265	275	270	235	410
timer	<u>4 1/3</u>	<u>4 1/2</u>	<u>4 1/2</u>	<u>4</u>	<u>7</u>

Tørketid for vann i råstoff	170 min.	175 min.	165 min.	150 min.	ca. 300 min.
Avdampet vann	340 kg/h	330 kg/h	330 kg/h	360 kg/h	320 kg/h
Avdampet vann gj.snitt	<u>335 kg/h</u>				

Gj.sn.tider ved ca.1500 kg charger (ca.1000 kg vann):

Til fylling	13 min.	- ca. 5 % av chargetiden
Til oppvarming	19 "	- " 7 " " "
Til tilsetting PER og tørking	165 "	- " 60 " " "
Til avsiling miscella	30 "	- " 11 " " "
Til avdamping og tømning	<u>47 "</u>	- " 17 " " "
	274 min.	- ca. 4 1/2 time.

Tabell 2. Analyseresultater.

Kok nr.:	1	2	3	4	5	
Råstoff:	Ukons.gr. 8 d.g.	Kons.gr. 25 d.g.	Ukons.gr. 30 d.g.	Rund hå 10 d.g.	Innvoller 30 d.g.	
<u>Råstoff:</u>						
Vann:	(%) 63,2	60,4	61,2	-	-	
Fett:	" 23,6	27,2	24,9	-	-	
Fettfritt törnst.	" 13,2	12,4	13,9	-	-	
Vitamin B ₂	(µg/g) 2,7	4,1	4,4	-	-	
Vitamin B ₁₂	" 0,21	0,16	0,19	-	-	
Pantotensyre	" 21,0	9,0	10,0	-	-	
Vitamin A	(IE/g) 450,0	540,0	400,0	-	-	
<u>Mel:</u>						
			<u>a</u>	<u>b</u>		
Vann:	(%) 11,4	19,0	35,-	9,4	14,0	5,6
Fett:	" 0,7	5,0	2,0	2,7	2,1	1,5
Aske:	" 5,8	6,8	4,7	6,9	9,2	13,6
Total N:	" 10,2	10,2	8,6	10,9	11,1	11,5
Flyktig N:	" 0,54	0,89	1,27	1,12	0,41	0,41
Urinstoff N	" 0,36	0,04	0,-	0,08	0,39	0,03
Urinst.N+flykt.N	" 0,90	0,93	1,27	1,20	0,80	0,44
Protein N:	" 9,3	9,27	7,33	9,7	10,3	11,1
Totalprotein:	" 58,0	57,8	45,8	60,6	64,4	69,4
Urinstoff:	" 0,77	0,08	0,-	0,17	0,84	0,06
Vitamin B ₂	(µg/g) 9,6	12,6	10,9	12,8	5,2	9,1
Vitamin B ₁₂	" 0,54	0,47	0,48	0,50	0,083	0,45
Pantotensyre	" 34,0	24,0	34,0	39,0	20,0	8,5
<u>Olje:</u>						
Fri fettsyre:	(%) 7,0	4,1	12,0	3,3	24,8	
Uforsåpbart:	" 7,1	7,5	7,1	5,8	8,3	
Jodtall:	125,0	126,0	130,0	130,9	131,0	
Farge: Röd	3,5	5,0	4,5	3,0	80	
Gul	16,0	20,0	15,0	10,0	290	
Vitamin A	(IE/g) 1830	1930	2360	560	520	

Tabell 3. Temperaturforløp ved tørking og destillasjon ved kok nr. 3.

Avdampstemperatur ved tørking

<u>kl.</u>	<u>°C.</u>	
0900	Start	
0930	92	Tørking I
0950	92	
1000	92	
1000	avtapp. misc. I	
1015	96	Tørking II
1020	94	
1030	94	
1040	94	
1100	93	
1125	94	
1145	94	
1200	94	
1220	96	
1220	Avtapp. misc. II	

Miscella-temperatur ved destillasjon.

<u>kl.</u>	<u>°C.</u>
1010	59
1017	62
1030	68
1045	71
1100	67
1125	66
1145	69
1200	74
1210	88
1210	Avsluttet

Tabell 6. Vitamininnhold og-utbytte ved forskjellige mel.

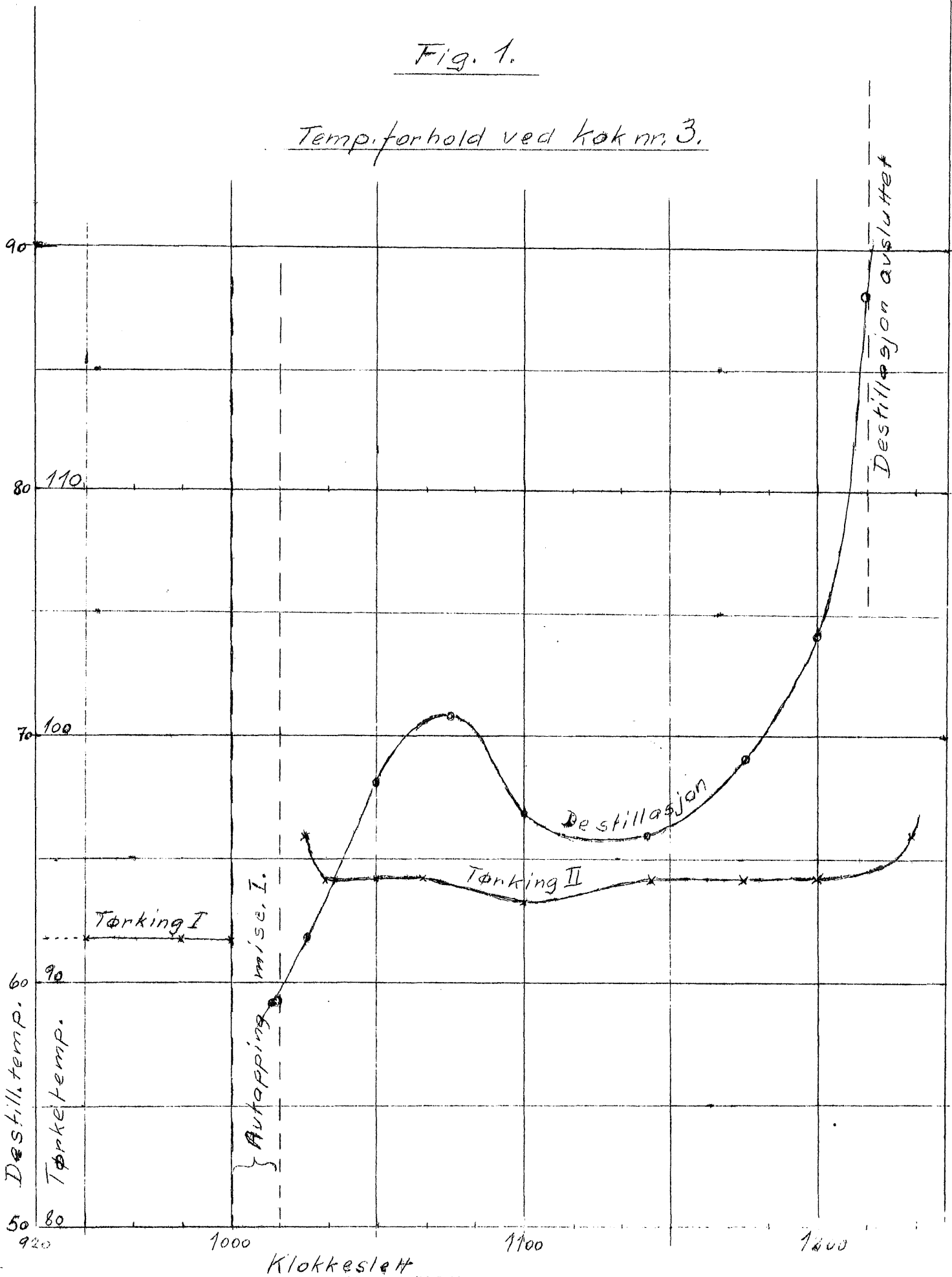
Melsort:	Vann i mel	Råprot. i fettfr. tørrst.	Vit.innh. i fettfr. tørrst. i mel (g/g)			Vit. i fettfr. tørrst. i mel i % av vit. i f. fr. t. i råst.			
	%	%	B ₂	B ₁₂	Pant.s.	B ₂	B ₁₂	Pant.s.	
<u>Graksemel</u>									
1954. Kok nr. 1:	Diskont. HEB-ekstr.:	11,4	67,8	11,1	0,62	39,2	54	39	25
" " 2:	" " " "	19,0	77,-	16,6	0,62	31,6	50	48	45
" " 3a:	" " " "	35,-	74,7	17,3	0,76	54,-	55	56	75
" " 3b:	" " " "	9,4	69,-	14,8	0,58	45,-	47	42	62
Gj.snitt 1,2,3b	" " " "			14,2	0,61	38,6	50	43	44
1953. Gj.snitt 2 pr.	Kontin. HEB-ekstr.:	10,-	-	18,7	0,64	84	62	91	57
<u>Pigghå-involler:</u>									
	2 pr. Diskont. HEB-ekstr.	5,6	73,5	9,8	0,48	9,6	-	-	-
<u>Rund pigghå:</u>									
1954 (1 pr.):	Diskont. HEB-ekstr.:	14,-	78,-	6,2	0,10	23,8	54 ?	51 ?	79 ?
1953 (1 pr.):	Kontin. " "	15,6		9,6	0,143	40,-	84	74	133
<u>Vintersild:</u>									
Gj.snitt	Helmel, L-met.	-	85,-	10,8	0,41	45	83	73	96
" "	" " innd. met.	-		9,4	0,32	30	72	57	64
" "	Vanlig mel (limv. tap)	-		7,3	0,25	18	56	45	38
Forsøk 1953:	Kontin. HEB-ekstr.	-		8,9	0,28	57	71	82	154

Tabell 7.

	1 Fersk grak.	2 Kons. grak.	3 Gam. grak.	Rund hå	5 Involler
<u>Törrstoffbalanse:</u>					
Fettfr.törrst.i råst.(% av råst.)	13,2	12,4	13,9	-	-
" " " " mel (" " ")	<u>11,7</u>	<u>10,3</u>	<u>13,5</u>	<u>18</u>	<u>8,-</u>
Differanse (tap?) (" " ")	1,5	2,1	0,4	-	-
Tap i % av törrst.i råstoff	<u>11,4</u>	<u>16,9</u>	<u>2,9</u>	<u>-</u>	<u>-</u>
<u>Fettbalanse:</u>					
Fett i råst. (% av råst.)	23,6	27,2	24,9	14,0 ?	-
" " mel (" " ")	0,1	0,7	0,4	0,4	
Oljeutbytte: (" " ")	<u>16,6</u>	<u>16,5</u>	<u>6,7</u>	<u>10,-</u>	
Fettap: (" " ")	6,9	10,0	17,8	3,6	
Fettap i % av fett i råstoff:	<u>29,-</u>	<u>37,-</u>	<u>72,-</u>	<u>26,-</u>	

Fig. 1.

Temp. forhold ved k k nr. 3.



Perkloretylens giftighet.

PER virker i noen grad narkotisk og i høye konsentrasjoner har den også ubetydelig toxisk virkning på lever og nyrer, men disse virkninger er mindre enn de en får ved kloroform og tetraklorkullstoff. Det må imidlertid framheves at den mindre giftigheten av PER sammenliknet med de sistnevnte hovedsakelig er blitt vurdert ut fra den virkning PER har når den gis gjennom munnen som et middel mot innvollsorm. Inngitt ved injeksjon under huden viste PER større giftighet enn tetraklorkullstoff. Ved innhalering er den narkotiske dose ubetydelig mindre.

Maksimum tillatelig konsentrasjon:

De fleste autoriteter anbefaler 200 p.p.m = 0,2 o/oo, samme som for trikloretylen, som maksimum tillatelig konsentrasjon ved stadig opphold i PER-atmosfære. Enkelte hevder en noe lavere grense. Carpenter (1937) antar en grense på 0,1-0,5 o/oo, etter forsøk som ble gjort. Han fant at 2 o/oo ga lett narkose etter få minutter, 1 o/oo ga beruselse etter 45 minutter og 0,5 o/oo ga svakt ubehag etter 2 timer. 0,05 o/oo ga tydelig lukt. Ved avfettingsanlegg er påvist 0,18 o/oo i luften når tingene settes ned i tanken og 0,484 o/oo når de tas opp.

Giftighet for dyr.

Dødelig dose:

1. Gjennom munnen: Der er endel uenighet med hensyn til det dødelige kvantum for hunder og katter. En har funnet at noen dyr overlevet doser på 25 ml pr. kg kroppsvekt mens andre døde av 4 ml pr. kg vekt. En fant at doser opptil 6 g pr. kg ikke drep- te hunder. En annen fant at 5 ml pr. kg var uten unntakelse fatalt for katter.

2. Ved injeksjon under huden: Minimum dødelig PER-dose for hunder er funnet å være 85 mg pr. kg, mens den for "tetra" er 125 mg. Der menes at denne større giftighet ved injeksjon viser at gitt gjennom munnen ödelegges enten PER eller ekskreteser hurtig eller absorberes vanskelig.

Narkotisk dose:

Konsentrasjon (i luft)		Tid för virkning	Narkose
mg/l	o/oo	min.	
61	9,-	21-39	Dyp
46	6,8	36-51	Dyp
29	4,3	182	Dyp
29	4,3	16	Lett

Akutt forgifning:

Enda det framgår av eksperimenter med tilföring gjennom munnen at PER er en metabolisk gift av samme natur som tetraklore-
tan, pentakloroetan og tetraklorkullstoff, d.v.s. med en toksisk
virkning på lever og nyrer, så er denne virkning relativt mild.
Faktisk er der fra forsök rapportert ingen patologisk virkning i
dyr som var blitt gitt doser fra 0,3 til 25 ml pr. kg kroppsvekt.
Andre fant at katter begynte å vise symptomer (svimmelhet, rast-
löshet, sövnighet og ustödige bakfötter) når dosen nådde 1 ml pr.
kg, ved doser 1-5 ml pr. kg oppträdde små forandringer i lever og
nyrer. Forandringene var imidlertid ikke så store som de en fikk
med bare 0,5 ml tetraklorkullstoff. Atter andre har ikke funnet
noen sekundær effekt ved liknende forsök.

Kronisk forgifning:

Ved lenger sammenhengende innhalasjon er virkningen av PER
ganske liten. Der er ikke observert patologiske forandringer i
hunder som innhalerte 7 ml daglig i 19 til 24 dager. Där er ikke
observert dödsfall blant dyr ved innhalasjon av PER opptil 7 o/oo
i 8 timer pr. dag 5 dager i uken i 7 måneder. Svake non-progres-
sive forandringer i lever, nyrer og milt oppsto ved konsentrasjoner
fra 2,3 o/oo og oppover.

Foranstående opplysninger er hentet fra Ethel Browning: "Toxicity of industrial organic solvents" (1952). Som det sees betraktes perkloretylen som mindre giftig enn andre klorerte kullvannstoffer, særlig når den tilføres gjennom munnen. Der er imidlertid lite å finne i litteraturen om hvordan forholdene er ved foring med mel som er framstillet ved ekstraksjon med PER. Som det framgår av foranstående kan PER lukte i konsentrasjoner ned til 0,05 o/oo og anses ved innånding for uskadelig ved konsentrasjoner opptil 0,2 o/oo. Imidlertid har en lite holdepunkter for hvor mye PER et forstoff kan inneholde uten å være skadelig. Det er mulig at en ved forstoffer vil kunne finne en grense under hvilken PER-innholdet er uskadelig. Imidlertid må en da ha en lettvindt og pålitelig metode til å bestemme PER-innholdet i melet, en metode som kan brukes ved anleggene til å kontrollere hver charge.

For å få en bedre klarhet over giftvirkningen av PER-rester i melet, og for å få konstatert hvordan et levermel framstillet ved våtekstraksjon ligger an rent foringsmessig i forhold til et vanlig levermel, er der ved Vitaminavdelingen satt igang langtidsforsøk med foring av rotter med graksemel fra kok nr. 1, som en regner med ligger nærmest opp mot det vann- og PER-innhold som er vanlig i praksis ved denne metoden. Til sammenlikning kjøres parallele forsøk med et graksemel fra Flesland Fabrikker (framstillet ved tørking og pressing) hvor fra fettene er ekstrahert med eter. Disse forsøkene vil gi visse holdepunkter med hensyn til foringsverdien, og en vil også få konstatert eventuell giftvirkning ved det spesielle PER-innhold som dette ene melet har. Derimot vil en ikke få noe kjennskap til hvilket maksimum PER-innhold som vil være uten skadelig virkning. Der bør også settes igang parallele forsøk med forskjellig PER-innhold for om mulig å få fastlagt en slik grense.

Hvis slike forsøk skal ha noen hensikt må en imidlertid som nevnt ha en praktisk brukbar bestemmelsesmetode for PER-innholdet i melet. Der er derfor ved Avdeling for industriell tilvirkning satt igang arbeide med å finne fram til en slik metode.

Selv om det synes som om våtekstraksjonsmetoden, særlig da den diskontinuerlige, ikke bevarer B-vitaminene så godt som andre metoder, vil den likevel på grunn av andre fordeler kunne få sin store betydning for opparbeidelsen av slike råstoffer som lever-

grakse og innvoller som ikke ved noen annen metode kan opparbeides til et fettfattig holdbart mel. Det er også sannsynlig at en ved andre framgangsmåter som gir kortere tørketid vil kunne få like god bevarelse av vitaminene som andre metoder. Det vil derfor være av betydning å få klarlagt alle forhold ved forgiftning og bestemmelse av PER-innhold.

