

FISKERIDIREKTORATETS KJEMISK-TEKNISKE  
FORSKNINGSINSTITUTT

Fremstilling av fettfattig matmel ved  
isopropanol-ekstraksjon av presskake fra fet fisk  
-----

Lars Aure og Hans Kløkstad

Fremstilling av fettfattig matmel ved  
isopropanol-ekstraksjon av presskake fra fet fisk  
-----

Lars Aure og Hans Kløkstad

Innledning  
-----

Der er for tiden en økende interesse for ekstraherte fiske-  
mel til fôring av svin, kalver og mink, samt for lyse og fettfat-  
tige marine mel uten generende lukt og smak til menneskeføde (FPC  
type A med totalt fettinnhold under 0,5 %).

Spiselig fiskeprotein-konsentrat av prima kvalitet synes å  
ha visse muligheter også i utviklede land. I de underutviklede  
land må en trolig regne med at de som av helsemessige grunner tren-  
ger fullverdig protein i form av ekstrahert fiskemel neppe vil an-  
skaffe seg dette på eget initiativ. Tilskudd av fiskeprotein til  
befolkningen i disse land tør derfor best oppnås ved påbudt inn-  
blanding av FPC (type A) i de vanlig anvendte vegetabiliske mel på  
eksport- eller importstadiet.

Produksjon av FPC til menneskeføde må baseres på ferskt rå-  
stoff, og anlegget konstrueres slik at renholdet lettes og kan til-  
fredsstille de hygieniske krav som stilles ved matvareproduksjon.

Vanlig marint mel vil oksydere (harskne) raskt under produk-  
sjon og lagring. Dette medfører at melets fettfase blir vanskelig  
ekstraherbar med de oppløsningsmidler som er tillatt anvendt ved  
fremstilling av matmel. Vanlig ekstrahert mel får gjerne en mør-  
kere fargetone.

For å oppnå en jevn og høyest mulig kvalitet av FPC (lavest  
mulig fettinnhold) finner en det derfor mest formålstjenlig å an-  
vende fersk, uoksydert presskake av nyfanget billig fisk (f.eks.  
sild, makrell, lodde, øyepål og tobis) som utgangsmateriale for  
fremstilling av FPC til menneskeføde.

I våre ekstraksjonsforsøk har vi vesentlig anvendt labora-  
toriefremstilte presskaker av fersk og frossen sild med litt stør-  
re vann- og fettinnhold enn i vanlige industripresskaker.

Til ekstraksjonsmiddel valgte en isopropanol som er tillatt anvendt til dette formål. Denne alkohol er blandbar med vann i alle forhold, og er et godt oppløsningsmiddel for lipoider ved temperaturer opp imot kokepunktet.

#### Laboratorie-ekstraksjonsapparat

-----

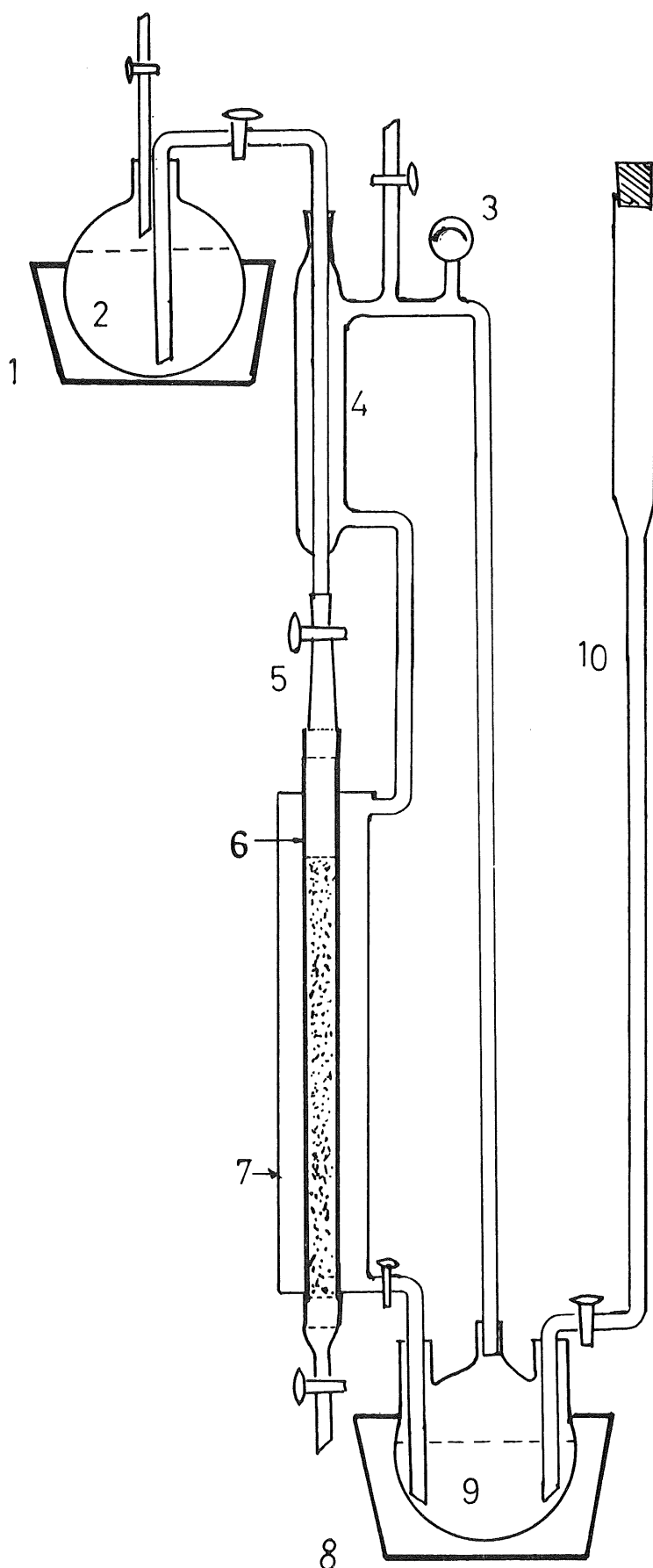
Løseligheten av lipoider i alkohol stiger med temperaturen men avtar raskt med vanninnholdet i alkoholen. Med isopropanol som oppløsningsmiddel tok en derfor sikte på ekstraksjon av presskaken ved ca. 75°C.

Fig. 1 viser komponentene i det anvendte laboratorie-ekstraksjonsapparat. Det består av et elueringsrør av glass, 90 cm langt og 25 mm indre diameter, som er montert inne i et videre glassrør. Rommet mellom rørene er damptett og tjener til innføring av isopropanol-damp fra et kar med regulerbar kokeintensitet for innstilling av den ønskete temperatur i kolonnekappen. Kondens fra denne renner tilbake i kokekaret. For å redusere virkningen av eventuell støtkoking i karet er dette tilknyttet en "støtdemper" bestående av en større luftkjøler med propp i toppen og glassrør-forbindelse til godt under væsknivået i kokekaret. I det godt isolerte tilledningsrør for isopropanoldamp fra kokekar til kolonne er der innsatt en damptrykkmåler.

Luften i apparaturen fjernes ved gjentatte evakueringer under sakte koking i karet. Ved denne operasjon holdes kranen til støtdemperen lukket og åpnes først når luften er godt fjernet. Damptrykket i systemet bør ikke overstige 0,25-0,30 kg/cm<sup>2</sup>.

Fra et høyere stående, oppvarmet kar (kolbe) med isopropanol, regulerbar til ca. 78°C, nedføres elueringsmidlet til kolonnen gjennom godt isolert, utløsbar (slip) rørforbindelse (eventuelt oppvarmet med isopropanoldamp). Kolonnen er da på forhånd påfylt passende mengde forbehandlet presskake, med bomullsfilter i bunnen av kolonnen og på toppen av presskakeskiktet. Elueringsvæsken fra toppkaret trykkes i første omgang over til kolonnen med dennes bunnkrane åpen, og fylles helt opp med elueringsmiddel etter at dette er trengt gjennom presskakeskiktet til bunnkranen. Elueringsmidlet vil da suges over fra toppkaret til kolonnen under elueringen.

Fig. 1. Laboratorie-ekstraksjonsapparat



1. Elektrisk varmemantel
2. Isopropylalkohol, 100 %
3. Trykkmåler
4. Forvarmer
5. Avtakbart mellomledd
6. Elueringsrør
7. Varmekappe
8. Elektrisk varmemantel
9. Isopropanol til oppvarming av elueringsrøret
10. Lukket stigerør

Preliminære ekstraksjonsforsøk  
-----

Til hvert forsøk anvendtes 160 g presskake. I det første orienterende forsøk ble den godt opprevne presskaken fylt varm direkte i den oppvarmete ekstraksjonskolonne og eluert med varm ( $75^{\circ}$ ) isopropanol, med uttak av 25 ml eluat fra bunnkranen hvert 1,5 min. Analysen av eluatene går frem av fig. 2. Som man vil se må der med denne fremgangsmåte anvendes større mengder oppløsningsmiddel for tilstrekkelig avfetting av presskaken. Denne enkle fremgangsmåte viste seg også av andre grunner lite egnet for formålet.

I etterfølgende forsøk ble den oppdelte presskaken (160 g) omrørt ca. 30-45 min. med varierende mengder varm (ca.  $70^{\circ}$ ) 100 % isopropanol før elueringen. Den varme masse tilførtes direkte den oppvarmete ekstraksjonskolonne og miscella over presskakeskiktet i kolonnen avtappet før porsjons-elueringen.

Analyseresultatene for de kontinuerlig uttappede eluater (25 ml/1,5 min.) varierte meget for de enkelte forsøk særlig med hensyn til nødvendig eluatvolum og mengde restfett i det ekstraherte mel (se fig. 3).

Fettinnholdet i de uttappede miscella-porsjoner viste for øvrig ofte en markant stigning ved henstand i kolonnen (avbrutt eluering) selv langt ute i elueringsperioden. Det tok således lenger tid enn antatt å få utløst fett i presskaken selv med sterkt synkende vanninnhold i alkoholen.

En sammenstilling av resultatene fra de mange varianter av disse innledende undersøkelser viste imidlertid tydelig at et tilfredsstillende lavt fettinnhold ( $< 0,5$  %) i det ekstraherte mel - med rimelig ekstraksjonsmiddelforbruk - bare kunne oppnås når vanninnholdet i isopropanolen etter omrøring med presskaken og henstand (likevekt) ikke oversteg ca. 23 vol % (se fig. 4). Dette er trolig årsaksforbunnet med en tilfredsstillende økning av isopropanolens fettløsende evne ved og under nevnte vanninnhold i alkoholen.

Fig. 2.

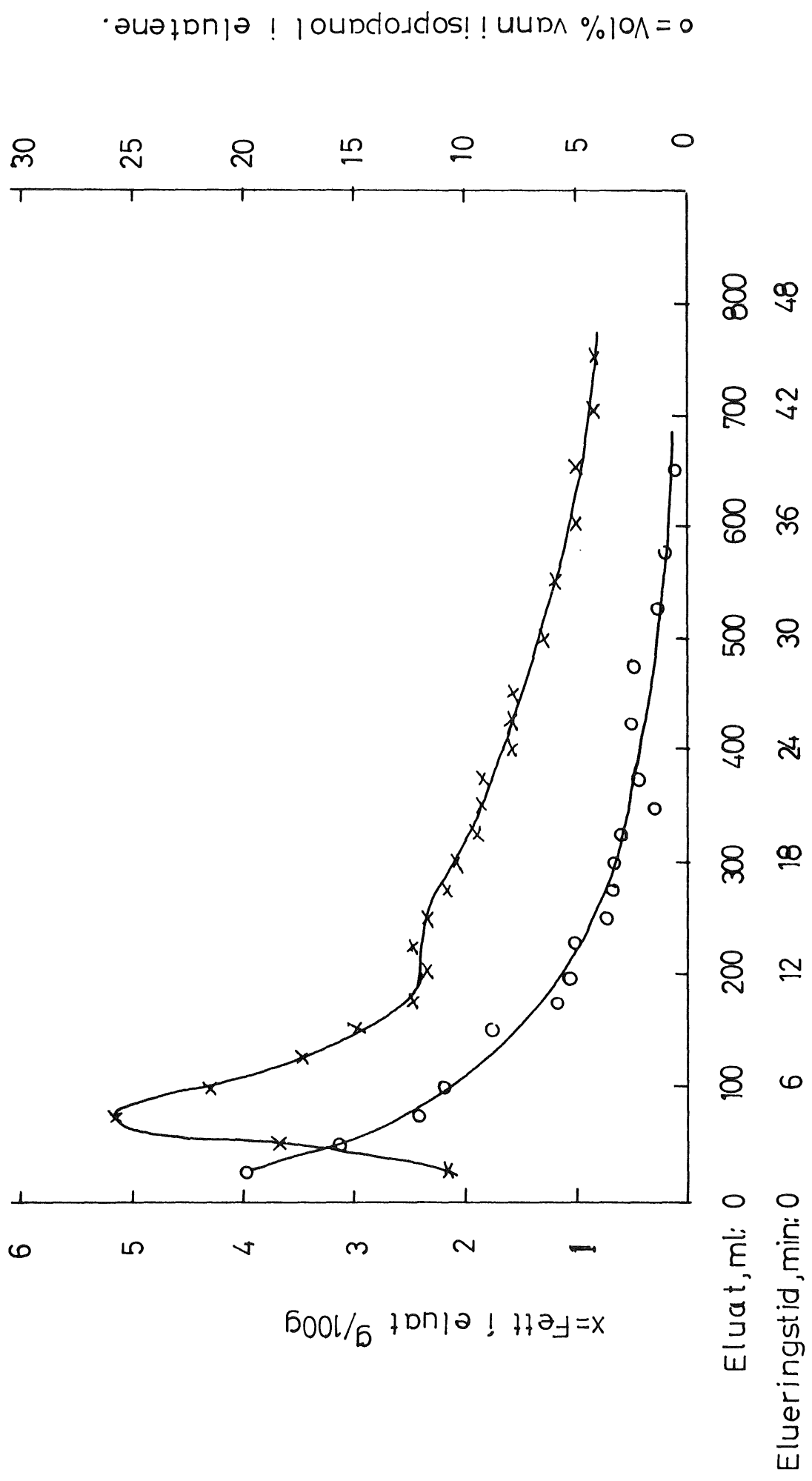


Fig. 3.

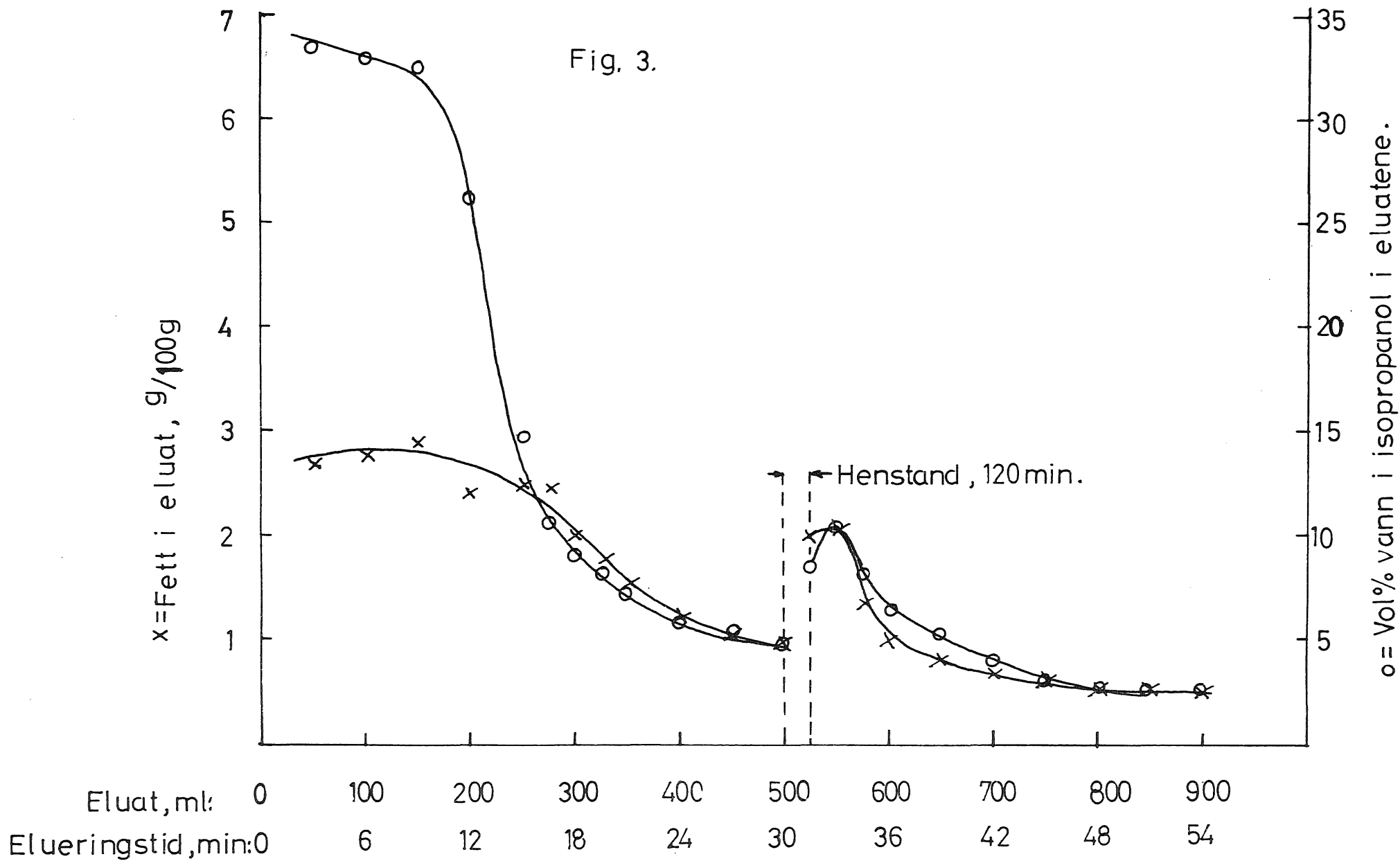
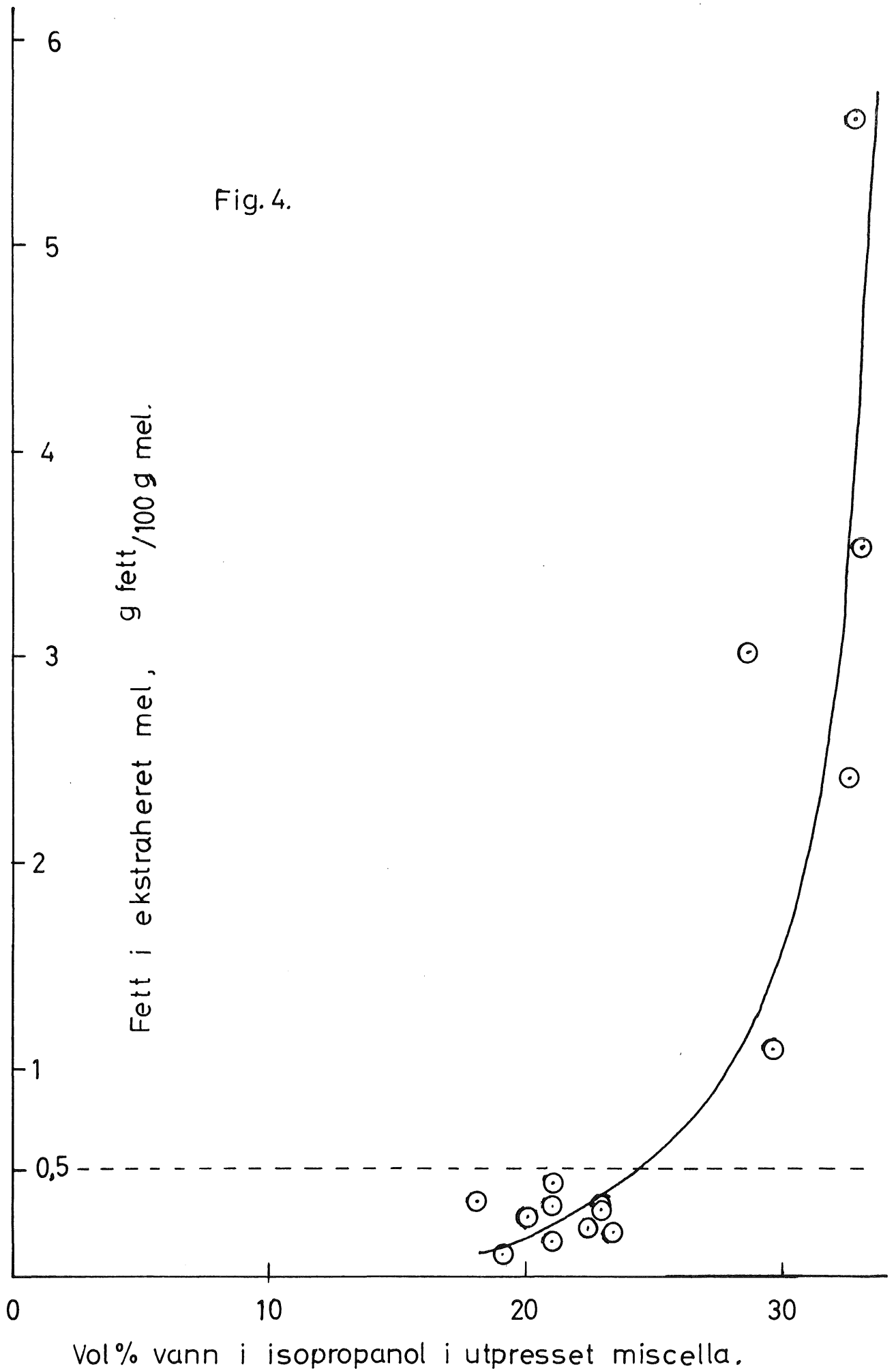


Fig. 4.





Nødvendig omrøringstid for å oppnå vannlikevekt i systemet  
defibrert presskake/90 vol % isopropanol ved ca. 70°C  
-----

Det tar en viss tid for vannet i den oppdelte presskaken å diffundere over i isopropanolen selv ved god omrøring ved ca. 70°. For bestemmelse av den nødvendige fordelingstid ble 160 g sildepresskake med 54,5 % vann (oppdelt i hurtighakker i 10-15 min.) tilsatt 450 ml ca. 90 vol % (11,65 vekt % vann) varm (ca. 70°) isopropanol og godt omrørt i 1 time ved nevnte temperatur. For å begrense avdampingen under omrøringen ble karet dekket med Al-folie. Hvert 15. min. ble der så uttatt 20 ml ekstrakt for vannanalyse og det uttatte prøvevolum umiddelbart erstattet med . vol % isopropanol (88,35 vekt %).

Resultatene fra dette forsøk er gjengitt i fig. 5. Som figuren viser var ca. 75 % av presskakens vanninnhold gått over i alkoholen etter 15 min., og fullstendig fordeling oppnådd først etter ca. 30 min.

Fortsatte forsøk  
-----

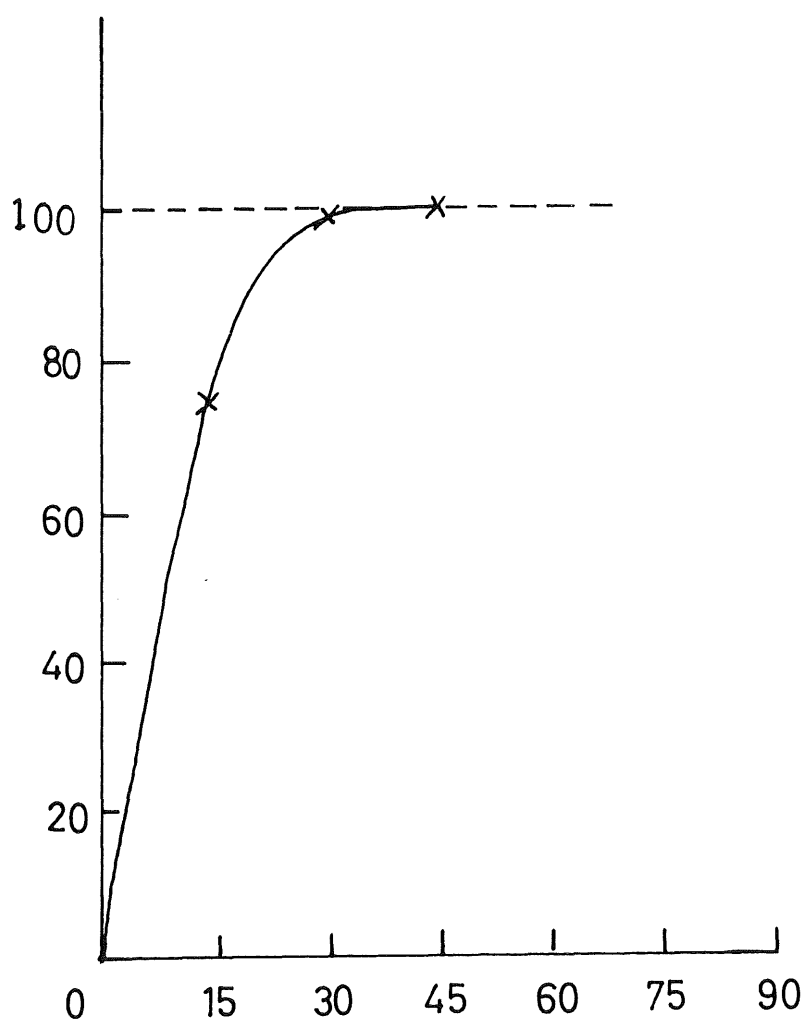
På basis av resultatene i de preliminare forsøk ble så 160 g oppdelt presskake av frossen bladsild, med 57 % vann, tilsatt 450 ml 90 vol % isopropanol og omrørt (Al-folie-lokk) ved ca. 70° i 45 min. Vanninnholdet i alkoholen var da ca. 21 vol %. Oppslemmingen ble omgående overført i den oppvarmete kolonne (76-77°) og overskytende miscella (ca. 245 ml) avtappet til presskakenivå i kolonnen. Elueringshastigheten var 25 ml pr. 1,5 min., temperaturen i kolonnen 75°, og tilførsel av varm 100 % isopropanol fra toppkaret som i de foregående forsøk.

Først eluertes 5 porsjoner a 50 ml, deretter 25 ml porsjoner. Etter uttak av ialt 525 ml eluat (ca. 30 min.) ble elueringen avbrutt i 60 min. Av fig. 6 vil en se at stigningen i fettinnholdet i første eluat etter henstanden var minimal, og fettene i presskaken derfor nesten fullstendig oppløst i isopropanolen.

Ved 750 ml (5 stk. eluat a 50 ml + 20 stk. eluat a 25 ml) eluat ble elueringen avbrutt. Etter hurtig uttapping av resterende miscella i kolonnen og avdrivning (vakuum) av oppløsningsmidlet fra melet var dettes totale fettinnhold 0,15 %.

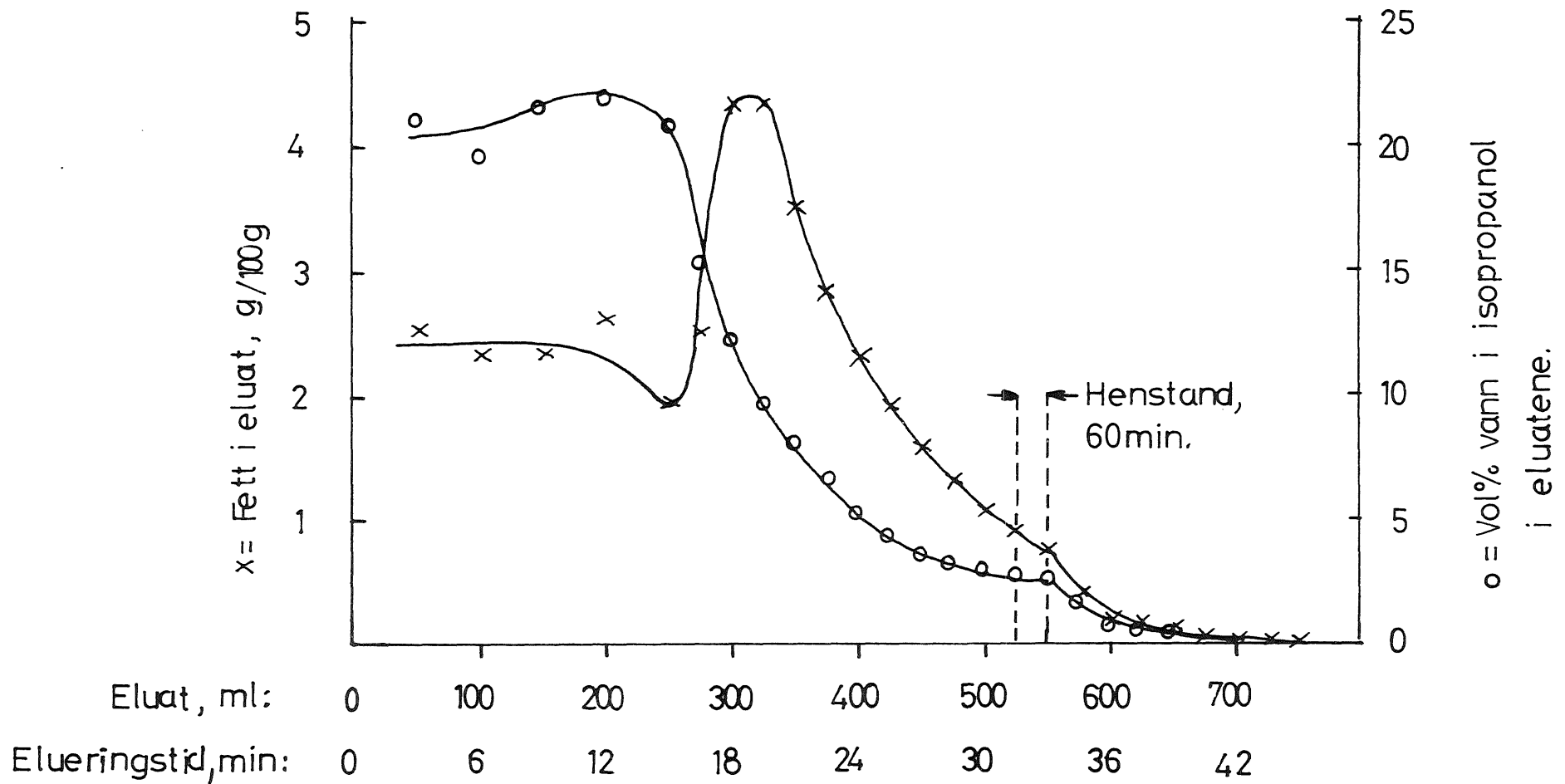
% vann utløst i isopropanol fra defibreret presskake.

Fig. 5.



Utløsingstid, min.

Fig. 6.



Forsøk med utpressing av "omrørings"-miscella før eluering  
-----

I de etterfølgende forsøk ble der ved koking av silden til-  
satt litt antioksydant (BHT) for best mulig å sikre seg mot oksy-  
dasjon av presskakefettet under lagring av presskaken for senere  
anvendelse.

Forsøk 1:

I dette forsøk anvendtes 160 g defibrert presskake av fros-  
sen storsild (uten rogn og melke) med 54,5 % vann. Etter omrøring  
av presskaken med 450 ml 90 vol % isopropanol i 45 min. ved ca.  
65-70° ble miscella frapresset. Alkoholene i miscella inneholdt  
da 21,7 vol % vann. Den defibrerte nye presskaken (88,5 g) fyltes  
i ekstraksjonskolonnen og oppvarmet der i kort tid før elueringen.  
Resultatet går frem av fig. 7. Man vil se at elueringen av fett  
ved denne fremgangsmåte er meget tilfredsstillende med bare ca.  
350 ml elueringsvolum (inklusive miscella i presskaken) for avfet-  
ting av presskaken, uten antydning av økning i eluatets fettinn-  
hold ved henstand i 1 time i kolonnen ved 75°. Totalfett i melet  
var meget lavt, bare 0,08 %. Utbytte av ekstrahert mel utgjorde  
103,5 % av det fettfrie tørrstoff i presskaken.

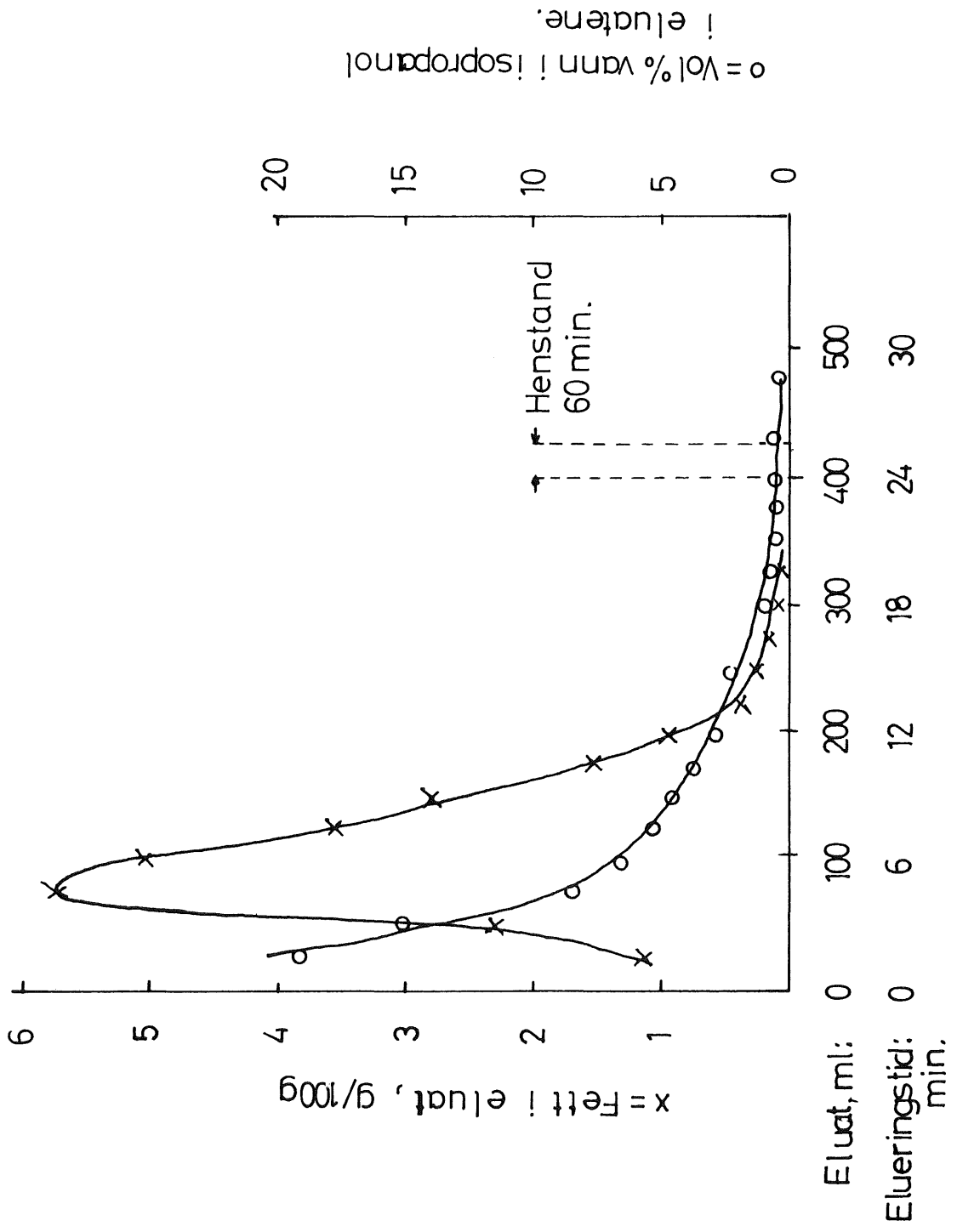
Forsøk 2:

I en kontinuerlig ekstraksjonsprosess ville det være for-  
målstjenlig å avvanne presskaken (omrøring og pressing) med den  
vannfattige miscella fra selve elueringsprosessen med eventuelt  
tilskudd av 90 vol % isopropanol fra åvdestilleringen av sluttmis-  
cella.

For å prøve dette ble 160 g revet presskake (54,5 % vann)  
av frossen storsild (uten rogn og melke) omrørt i 45 min. ved 70-  
75° med en blanding av 260 ml 93 vol % + 100 ml 90 vol % isopro-  
panol, som er beregnet å skulle tilsvare omtrent volum av og vann-  
innhold i returmiscella fra selve ekstraksjonsprosessen under prak-  
tiske forhold. Ved sterk pressing fikk en 348 ml miscella med  
23,4 % vann i selve isopropanolen. Presskaken herfra ble godt  
opprevet og eluert med varm 100 % isopropanol som før beskrevet.

Resultatet av dette forsøk er opptegnet i fig. 8. En fikk  
også her en meget effektiv og hurtig eluering av fett i press-  
kaken med bare ca. 300 ml eluat inklusive miscella i presskaken

Fig. 7.



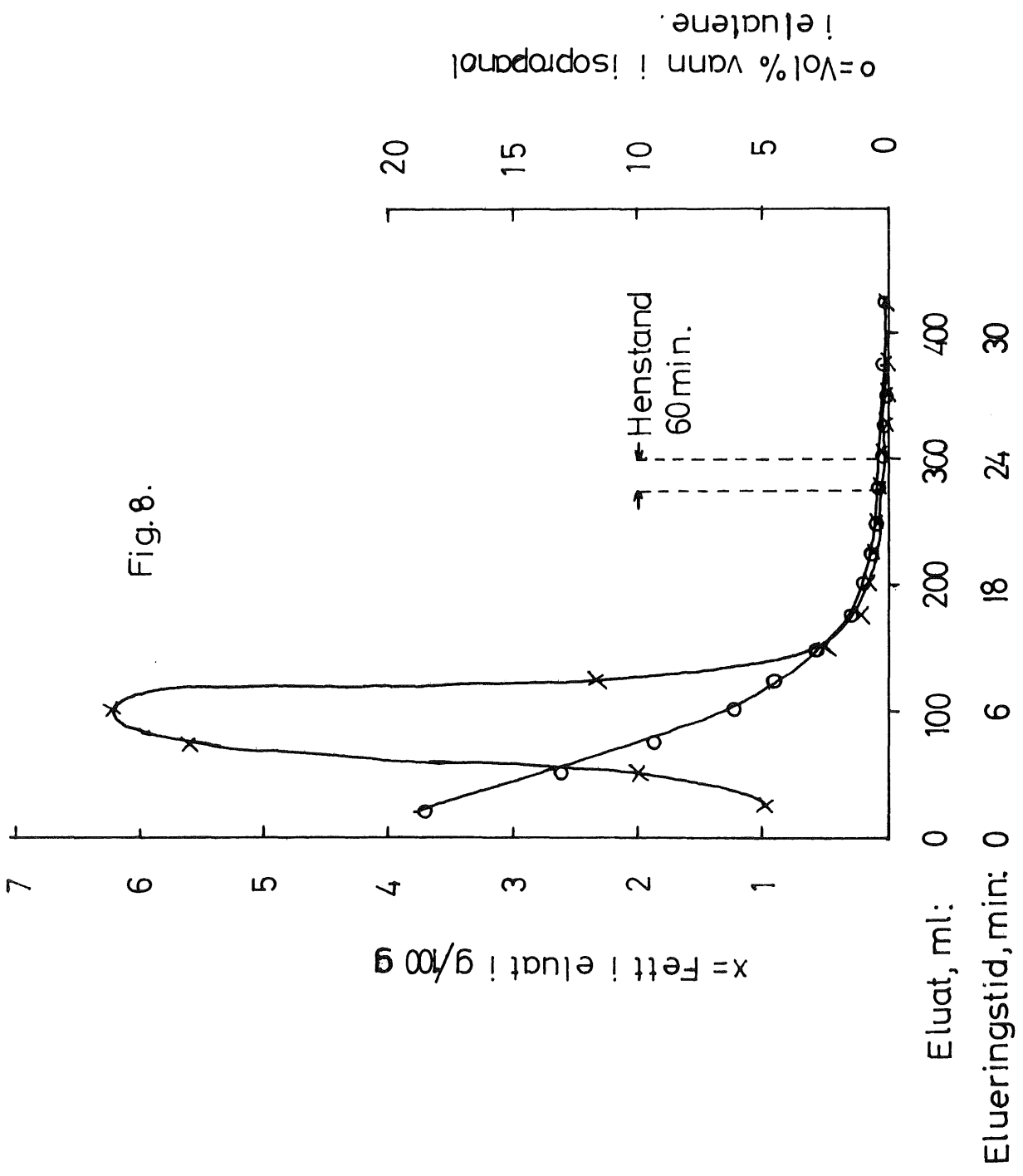


Fig. 8.

(ca. 50 ml). Det ferdige mel utgjorde 98,5 % av fettfritt tørrstoff i presskaken og hadde et totalt fettinnhold på 0,20 %.

#### Forsøk 3:

160 g revet presskake (61 % vann) fra ikke helt fersk, mindre sild (mørkt blod) innrørtes i en blanding av 260 ml 93 vol % + 100 ml 90 vol % + 50 ml 100 % isopropanol ved ca. 70° i 45 min. Den ekstra tilsetning av 50 ml 100 % isopropanol skulle tjene til å kompensere for det høye vanninnholdet i denne presskaken. Vannprosenten i isopropanolen fra utpresset miscella (350 ml) utgjorde her 20 vol %. Presskaken (72 g) var meget hard og seig og måtte males på kvern med passende grov sikt.

Som i foregående forsøk (se fig. 9) var presskakefettet eluert fra ekstraksjonskolonnen etter uttapping av ca. 275 ml eluat, inklusive presskakemiscella. Det ekstraherte mel var litt gråere i fargen enn vanlig, trolig på grunn av ovennevnte mørke blod. Totalt fettinnhold i ferdig mel var 0,26 %. Utbytte av ekstrahert mel var 96,5 % av fettfritt tørrstoff i presskaken.

#### Forsøk 4:

200 g revet presskake (samme presskake som i foregående forsøk med 61 % vann) ble omrørt med en blanding av 260 ml 93 vol % + 100 ml 90 vol % + 100 ml 100 % isopropanol, som tilsvarer 460 ml 93 vol % isopropanol. Ellers utførelse som i foregående forsøk.

Utpresset miscella (ved sterkt press) utgjorde 440 ml med 21 vol % vann i selve isopropanolen. Presskaken herfra som veide 102,7 g var fast og seig. Den måtte slås istykker med hammer før passende oppmaling i laboratoriekvern med groveste sikt. Der gikk med 160 ml 100 % varm isopropanol for oppfylling til presskakenivå i kolonnen. Også i dette forsøk (fig. 10) ble der uttappet ca. 300 ml eluat, inklusive presskake-miscella, før fullstendig fett-ekstraksjon. Melet inneholdt 0,44 % lipoider. Utbytte av ekstrahert mel var 102,5 % av fettfritt tørrstoff i presskaken.

#### Forsøk 5:

160 g opprevet sildepresskake (ca. 48,5 % vann og 5 % fett) av fersk sild fra Flesland Fabrikker ble omrørt med 360 ml 92 vol % isopropanol i 45 min. ved 70-75°. Utpresset miscella utgjorde 290 ml og selve isopropanolen i denne hadde et vanninnhold på ca.

Fig. 9.

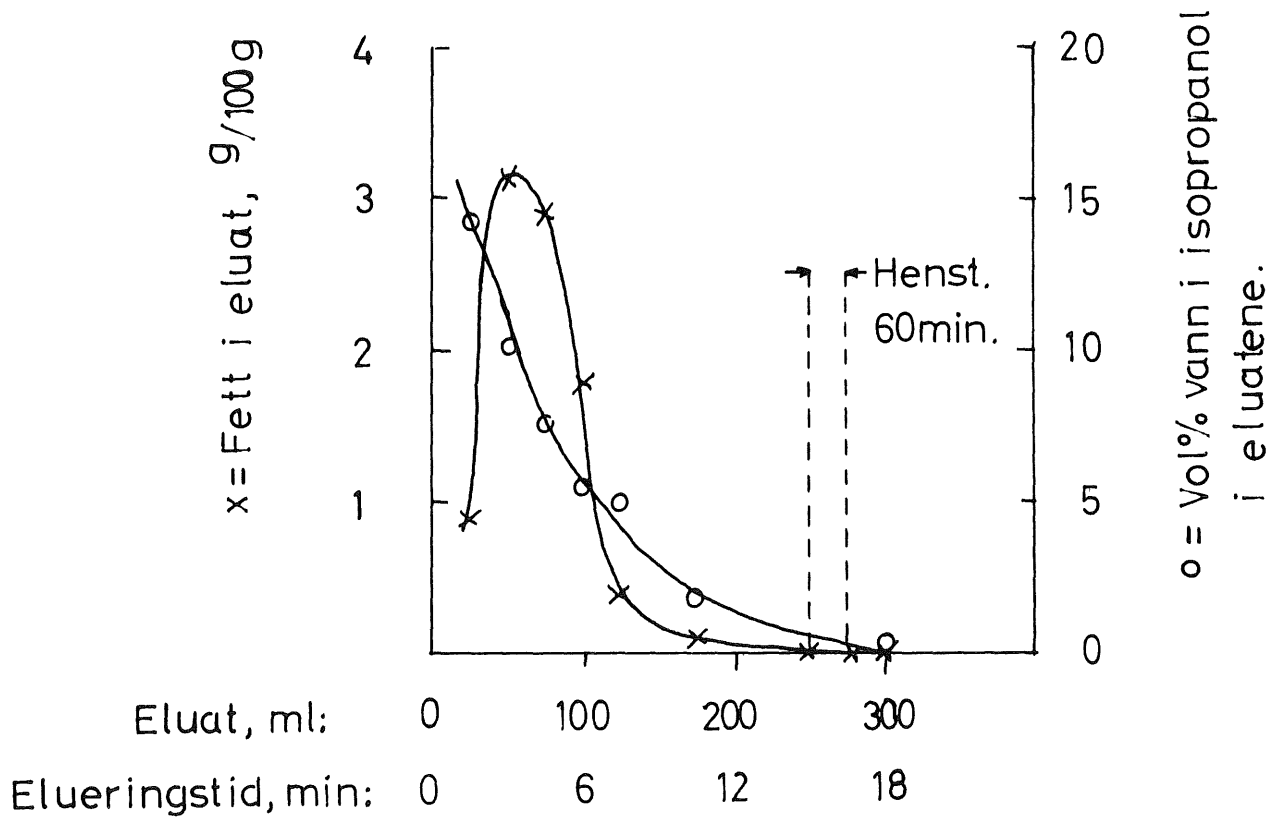
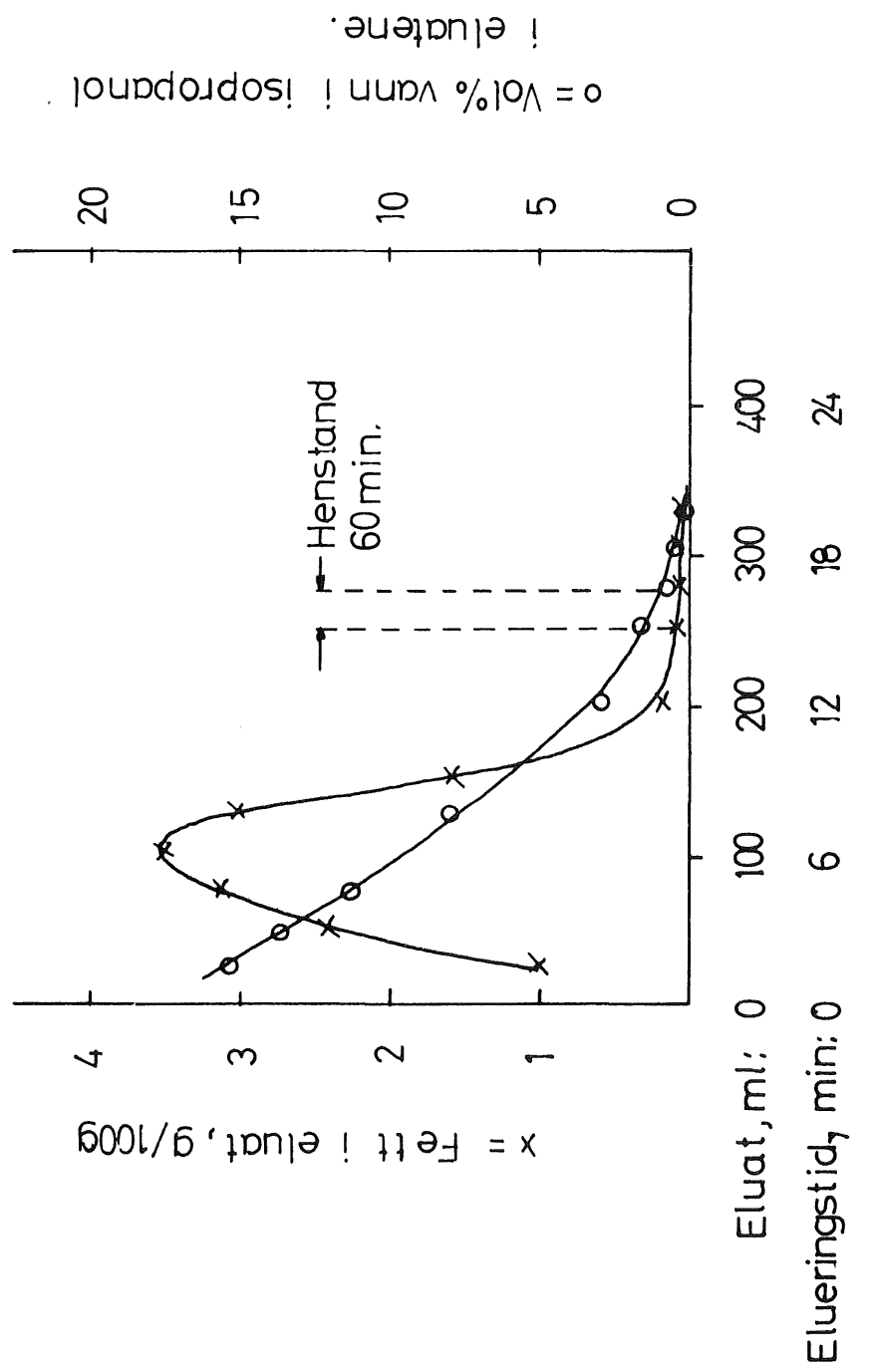




Fig. 10.



22,4 vol %. Presskaken herfra (97,5 g) ble malt på laboratoriemølle med grov sikt (nr. 10) og fylt i kolonnen. Der gikk med 166 ml varm 100 % isopropanol for oppfylling av kolonnen til presskakenivået. Elueringsforløpet er gjengitt i fig. 11. Man vil se at industripresskakens eluater inneholder meget mindre fett enn eluatene fra laboratoriefremstilte presskaker. Den nødvendige mengde eluat for fjerning av fett fra presskaken i kolonnen utgjorde imidlertid ca. 275 ml (inklusive 50 ml miscella fra presskaken), omtrent samme mengde som i de foregående forsøk.

Det ferdige mel var lyst og viste et fettinnhold på 0,39 %. Melutbytte (tørt) var 98,5 % av fettfritt tørrstoff i presskaken.

#### Forsøk 6:

160 g godt opprevet presskake (15,1 % fett og 49,2 % vann) av fersk makrellfilet (med skinn) ble omrørt med 260 ml 93 vol % + 100 ml 90 vol % isopropanol ved 70-75° i 45 min. og presset. Pressingen ga 275 ml miscella med 24 vol % vann i isopropanolen. Presskaken veide 99,6 g. Den oppdelte presskake eluertes som før i kolonnen ved 75° med uttak av 25 ml porsjoner pr. 1,5 min. Vekten av det drenerte mel var 108,5 g. Det ferdige mel (vannfritt) veide 58,0 g - dvs. 101 % av teoretisk utbytte. Totalfett i ferdig mel (tørt) var 0,4 %.

I finmalt tilstand har dette melet ekstra lys farge, behagelig konsistens og nøytral lukt og smak.

#### Anvendte analysemetoder

-----

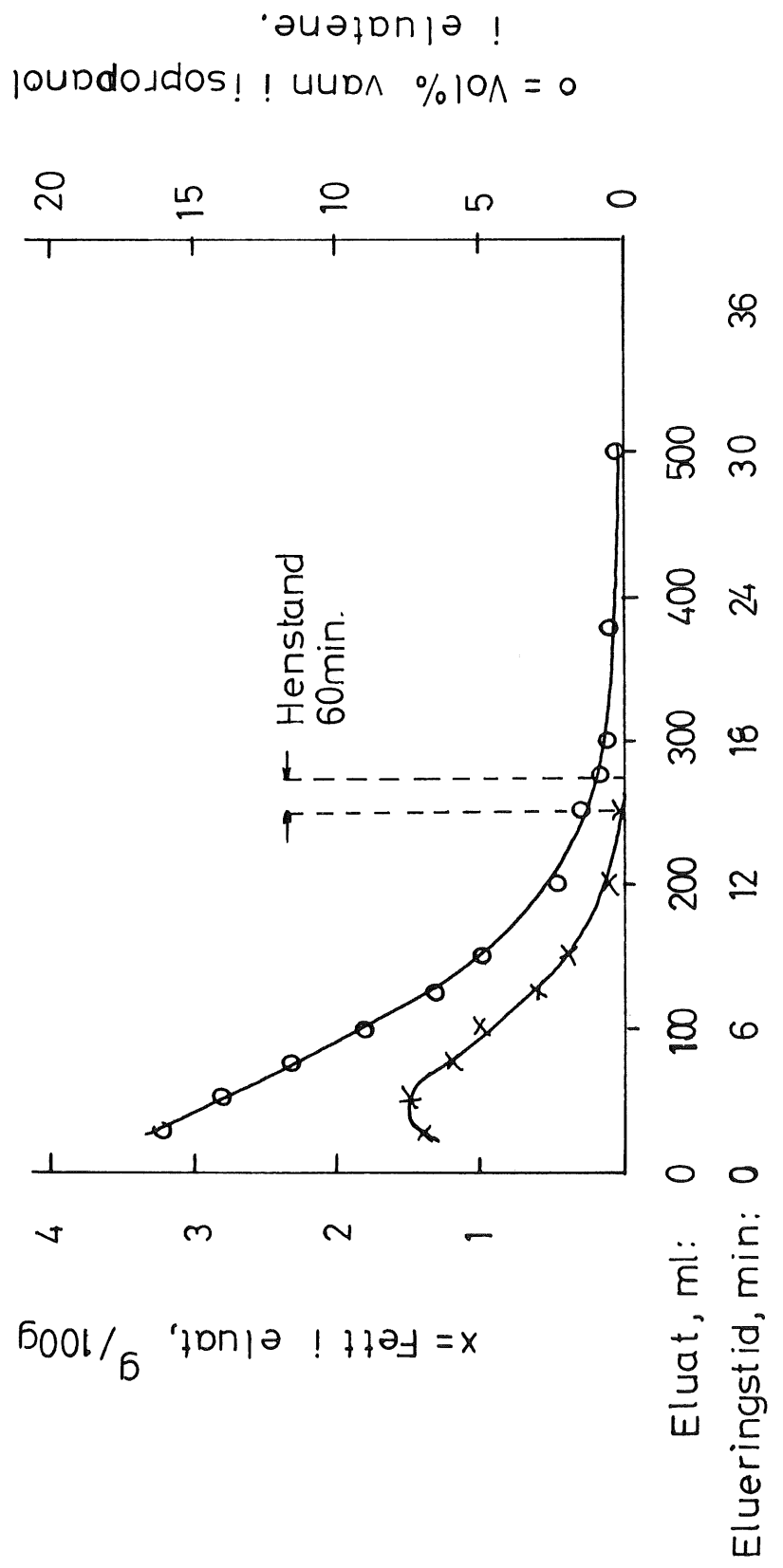
#### I. Bestemmelse av totalfett i presskake og ekstrahert mel

##### a) Fett i presskake:

10,0 g presskake tørres ved inngnidning av 20-30 g vannfritt natriumsulfat i morter. Den tørre masse overføres i passende glassrør med bunnkrane. Før ifyllingen anbringes bomull i bunnen av røret som filter - bomull på toppen av massen anbringes for å hindre oppslemming ved tilsetning av oppløsningsmidlet.

Massen i røret elueres med ca. 120-130 ml av en blanding med 1 del abs. etanol + 1 del kloroform. Oppløsningsmidlet avdampes og totalfett veies.

Fig. 11.



b) Fett i ekstrahert mel:

Utføres som for presskake, men her er det unødvendig å tørre med natriumsulfat.

II. Bestemmelse av vann, isopropanol og fett i miscella

En viss mengde nøyaktig avveiet miscella (ca. 20 g) avdestilleres kvantitativt uten vakuumbad fra veiet rundkolbe (slip) i temperatur-regulerbart vann- eller luftbad.

Destillatet (vann + isopropanol) oppsamles fra effektiv vannkjøler som etter total avdestillering etterspyles med litt 100 % isopropanol for å få med vannholdig kondensat avsatt i selve kjøleren. Destillat og spylealkohol veies og blandes godt, og spesifikk vekt av blandingen bestemmes nøyaktig i Westfalsk vekt ved 20,0°. Via spesifikk vekt tabell finnes da g vann pr. 100 g blanding (vann + isopropanol) og dermed g vann i uttatt miscella.

Destillasjonskolben med fett underkastes ekstra tørring i vakuumbad og fett veies. Vekten av isopropanol i uttatt miscella finnes da ved differanse.

Sammenheng og diskusjon  
-----

Presskaken:

Laboratorieforsøkene har vist at det tar ca. 30 min. for vannet i presskaken å gå over i isopropanolen ved omrøring ved ca. 70°, selv når presskaken er opprevet i hurtighakker i 10-15 min. Større faste klumper i dårlig oppdelt presskake vil unndra seg avvanning og dermed avfetting innen rimelig tid. For en vellykket ekstraksjon er det derfor nødvendig med en betryggende defibrering av presskakemassen.

I lagringsforsøk ved værelsestemperatur fantes hverken muggdannelse eller nevneverdig bakterievekst i oppdelt presskake når denne var tilblandet 5-10 l. 90 vol % isopropanol pr. 100 kg presskake. x Ved eventuell korttidslagring av presskaken kan fettoksydasjonen begrenses ved oppløsning av passende mengde antioksydant (f.eks. BHT) i konserveringsalkoholen. Presskakefettet skulle da bli lettere ekstraherbart og lysere.

x Utført ved mikrobiologisk avdeling ved Sv. Hjorth-Hansen.

### Preliminær avvanning av presskaken:

En preliminær avvanning av presskaken har vist seg meget gunstig for den etterfølgende eluering både med hensyn til oppløsningsmiddel-forbruk og effektiv avfetting av presskaken, forutsatt at vanninnholdet i miscella-alkoholen etter omrøring i 30-45 min. ikke overstiger ca. 23 vol % (se fig. 4). Den nødvendige mengde isopropanol for dette formål er avhengig av vanninnholdet i den anvendte isopropanol og presskake.

En tilstrekkelig økning av isopropanolens fettløsingsevne ved og under ovennevnte vanninnholdsgrense tør bevirke en bedre inn-trengen av oppløsningsmidlet i fettfasen, slik at elueringen med sterkere alkohol lettes og får mere karakteren av utspyling av allerede delvis oppløste fettstoffer.

Da vannet i presskakens bein utløses meget langsommere enn i selve fiskekjøtt-massen må en ifølge forsøkene nr. 1 til nr. 5 gjennomsnittlig regne med ca. 3,8 vol % mindre vann i avvanningsmiscellaens alkohol enn den teoretisk utregnete prosent basert på vannmengden i presskake og anvendt isopropanol. At det er beinene som er årsak til denne differens, går fram av forsøk 6 hvor presskake av makrell-filét ble ekstrahert. I dette forsøk (presskake uten bein) er ovennevnte differens mellom funnet og teoretisk beregnet vanninnhold i avvanningsmiscellaens alkohol bare 0,4 vol %.

### Elueringen:

I alle ekstraksjonsforsøk tok en ved elueringen kontinuerlig ut porsjoner på 16,65 ml eluat pr. min. for analyse. Ekstraksjonskolonnens indre diameter målte ca. 2,5 cm. Fyllt på kolonnen raget den avvannede, defibrerte presskaken ca. 40 cm opp i denne. Med ca. 60 g vann- og fettfritt mel (antatt abs. spesifikk vekt = ca. 1,25) i kolonnen skulle det frie volum for isopropanolen utgjøre ca. 3,7 ml pr. cm. Vandringshastigheten av elueringsvæsken gjennom kolonnen beregnes da til ca. 4,5 cm pr. min.

I de siste 4 representative forsøk (se fig. 8-11) måtte der avtappes ca. 290 ml eluat fra kolonnen for tilstrekkelig avfetting av "presskaken". Eluatet inneholder ca. 50 ml (isopropanol + vann) fra selve presskaken. Forbruk av 100 %-ig isopropanol ved elueringen blir da ca. 240 ml pr. 160 g opprinnelig presskake.

Pr. 100 g presskake krever denne laboratorie-ekstraksjonsmetode ialt ca. 220 ml 92-93 vol % isopropanol i første avvannings-trinn (omrøring og pressing) + ca. 150 ml 100 % isopropanol til

elueringen for å oppnå et tilstrekkelig fettfattig mel (under 0,5 % fett i melet).

Ved en rasjonell ekstraksjonsprosess kan imidlertid den vannfattige miscella fra elueringen brukes om igjen til avvanning av den opprinnelige presskake.

Det ekstraherte mel:

Utført etter den beskrevne laboratoriemetode vil det ferdig ekstraherte mel inneholde under 0,5 % totalfett - gjennomsnittlig 0,25-0,30 %. Ekstrahert mel av nyprodusert presskake fra ferskt, fett råstoff er lyst i fargen med meget nøytral lukt og smak. På grunn av sitt ekstra lave fettinnhold (og vanninnhold) er denne meltype særdeles lagringsbestandig og kan derfor forsendes og lagres i vanlig emballasje.

Fiskeproteinkonsentrat til menneskeføde må ikke inneholde mer enn 100 deler fluor pr. million deler konsentrat (mel). Da fluor er innebygget i bensubstansen må endel av denne fjernes fra berike presskaker eller ekstrahert mel for å tilfredsstille ovennevnte kvalitetsbetingelse.

Det ferdige produkt må ikke inneholde mer enn 200 deler isopropanol pr. million deler mel.

Skisseforslag til et industrielt ekstraksjonsanlegg  
basert på laboratorieforsøkene

-----

En prosess for industriell fremstilling av matmel av fisk bør være mest mulig kontinuerlig og anlegget konstrueres slik at de strenge krav til renhold tilfredsstilles. Anlegg av denne art bør bygges på steder med jevn tilgang på ferskt råstoff og i tilknytning til en vanlig sildoljefabrikk for bedre utnyttelse av arbeidsstokken i perioder med mangel på egnet råstoff. Dessuten vil sildoljefabrikken lettvis kunne overta eventuelt avfall inklusive limvann fra matmel-produksjonen.

Omgående opparbeidelse av hygienisk fremstilt presskake av fersk, fet fisk synes å representere det mest formålstjenlige utgangspunkt for fremstilling av matmel i Norge.

Med basis i den utarbeidete laboratoriemetode bør hovedkomponentene i et industrielt anlegg utføre følgende operasjoner i en kontinuerlig prosess:

1. Betryggende defibrering av presskaken.
2. Preliminær avvanning av presskaken med vannfattig miscella fra selve ekstraksjonsprosessen (+ eventuelt tilskudd av 90 vol % isopropanol), ved omrøring i 35-45 min. ved 70-75°. Alkoholen i den presskake/isopropanol-oppslemming som går til avpressing (5) og eluering må ikke inneholde over 23 vol % vann.

3. Utskilling av miscella fra punkt 2.
4. Defibrering av den nye presskake (hvis pressing).
5. Eluering (motstrømsekstraksjon) av den avvannede og defibrerte presskake ved ca. 75°.
6. Utskilling av oppløsningsmidlet fra eluert mel (avsiling, dekanter).
7. Avdriving av isopropanol fra melet og eventuell desodorisering med vanddamp i vakuum.
8. Eventuell utskilling av større fiskeben samt finmaling av melet.
9. Destillasjon av sluttmiscella for gjenvinning av ekstrahert fett og ca. 90 vol % isopropanol (Refluks).
10. Fremstilling av ca. 100 % isopropanol av 90 vol % alkohol fra punkt 9 ved azeotropisk destillasjon.

Et forslag til anleggsarrangement for fremstilling av matmel av presskake fra fet fisk er vist i fig. 12. I prinsippet vil et slikt anlegg muliggjøre en kontinuerlig motstrømsekstraksjon av presskaken ved en godstemperatur på 70-75° gjennom hele prosessen.

Et bestemt kvantum presskake pr. tidsenhet tilføres i jevn strøm til en "rivemaskin", (1) fig. 12, som defibrerer (ikke finmaler) presskaken godt (uten større klumper) og blander den (2) med utskilt miscella i retur fra (5) (preliminær avvanning av presskaken). Oppslemmingen tilføres toppen av tank (3) gjennom et rør til passende avstand over røreverk. Miscella skiller seg ut på toppen i tanken og renner ut ved overløp via et filter for utskilling av fines (22), mens selve fibermassen synker ned gjennom tanken og blir ytterligere avvannet i motstrøm med vannfattig miscella fra skrueekstraktøren (9), (13), som ved (6) eventuelt er supplert med 90 vol % isopropanol fra sluttmiscella-destillasjonen (24). I en motstrømsekstraksjon kan sistnevnte tilsetning (6) sannsynligvis sløyfes og nedspylingen av fibermasse fra (7) til ekstraktøren besørges av returmiscella fra (10). Den samlete returmiscella fra (10) passerer en nivåregulator (11) for innstilling av væsknivået i skrueekstraktøren og pumpes (13) inn til fordeling på tankens tverrsnitt i passende avstand fra dens bunn for å oppnå en roligere avsetningszone i nederste del av tanken (3).

Presskakemassen synker raskt i isopropanol. Tanken bør derfor utstyres med innretning som hindrer en for hurtig avsetting



av fibermassen slik at avvanningen får mest mulig karakter av ekte motstrømsekstraksjon, og den må dimensjoneres for en masseoppholdstid på 35-45 min.

Ved utløpet nederst i tanken bør der være en røre- eller skrapeanordning som sørger for homogen fibermasse-tilførsel til pumpen. Man kan vel her også operere med regulerbar returmasse fra pumpeledning til bunnen av tanken.

For "avsiling" av miscella fra massen som kommer fra bunnen av tanken, kan skrupresse, rystesil eller superdekanter anvendes (5). Brukes presse må den nye presskake defibreres (7) før den tilblandes 90 vol % isopropanol (6) eller returmiscella fra (10) for nedspyling av den avsilete masse gjennom tilstrekkelig vidt rør til ekstraktøren. Dette rør må være høyere enn væsknivået i ekstraktøren.

Miscella fra ekstraktørens nedre ende bør passere et kar (10) som er dimensjonert slik at oppslemmete fibre og eventuelt grovere "fines" får anledning til å avsette seg.

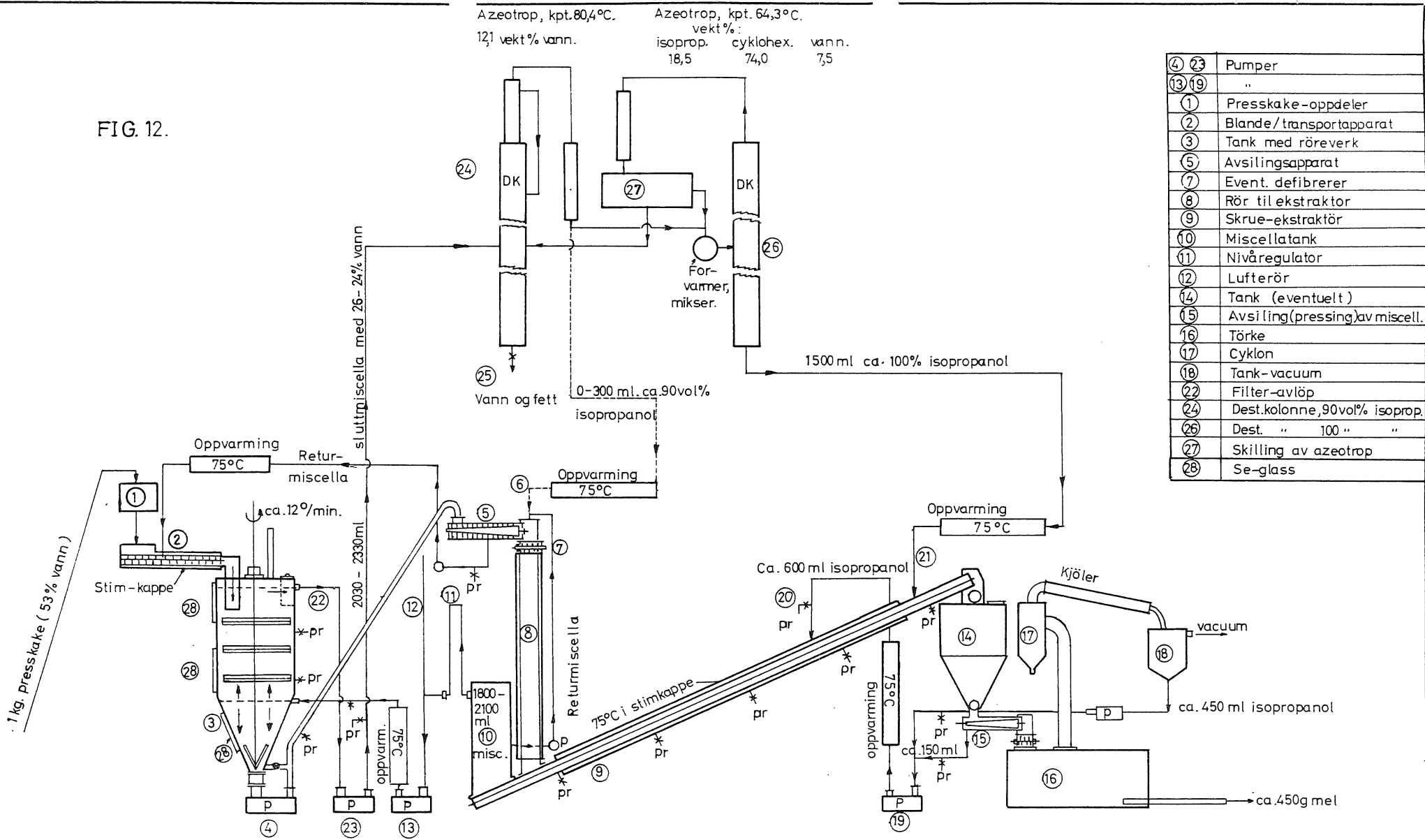
Massen som forlater toppen av skrueekstraktøren inneholder miscella med ubetydelige mengder vann og fett. Endel av denne kan avsiles (15), mens resten fås som ren isopropanol ved avdestillering under selve melfremstillingen (16). Avsilt miscella og destillat føres samlet tilbake til skrueekstraktøren et stykke ned på denne (20). Ved standardforhold i apparaturen vil denne isopropanol-mengde være konstant og resirkulere.

Ved toppen av ekstraktøren tilføres ca. 100 % isopropanol fra destillasjonen (26).

Etter avdriving av oppløsningsmidlet fra melet bør dette "strippes" med vanddamp i vakuum for desodorisering og best mulig fjerning av isopropanol (maks. 200 ppm).

Ved en motstrømsekstraksjon som foreslått vil der medgå mindre mengde isopropanol for avvanning av presskaken enn ved direkte innrøring av oppløsningsmidlet som i laboratorieforsøkene (ca. 1500 ml 100 % + ca. 600 ml 90 vol % isopropanol pr. kg presskake). Det er derfor sannsynlig at man kan sløyfe tilsetning av de 600 ml 90 vol % isopropanol i prosessen (6) eller begrense den til et minimum (f.eks. 0 til ca. 300 ml). Nedspyling av "avsilt" masse fra (5) kan da besørges av passende mengde returmiscella fra kar (10).

FIG. 12.



④ ②③	Pumper
⑬ ⑱	"
①	Presskake-oppdeler
②	Blande/transportapparat
③	Tank med røreverk
⑤	Avsilingsapparat
⑦	Event. defibrerer
⑧	Rør til ekstraktor
⑨	Skrue-ekstraktør
⑩	Miscellatank
⑪	Nivåregulator
⑫	Lufferør
⑭	Tank (eventuelt)
⑮	Avsiling (pressing) av miscell.
⑯	Tørke
⑰	Cyklon
⑱	Tank-vacuum
⑳	Filter-avlöp
㉔	Dest.kolonne, 90vol% isoprop.
㉕	Dest. " 100 " "
㉖	Skilling av azeotrop
㉘	Se-glass

Prinsippsskisse av kontinuerlig ekstraksjonsanlegg for framstilling av fettfattigt matmel av presskake fra fet fisk. Isopropylalkohol som opplösningmiddel.

Dato	Konstr./Tegnet	Tracet	Målestokk
Kontroll	Stand.kontroll	Godkjent	
Erstattet for:		Erstattet av:	
Henvening:		Beregning:	

Godt avrent fibermasse (etter elueringen) inneholdt ifølge laboratorieforsøkene ca. 1,0 l. "isopropanol" pr. kg ferdig mel.

Pr. kg normal presskake (ca. 53 % vann) må man i denne ekstraksjonsprosess avdestillere:

1. 0 til 300 ml ca. 90 vol % isopropanol tilsatt før ekstraktør (6).
2. 1670 ml ca. 90 vol % fra 1500 ml ca. 100 % isopropanol tilsatt på topp av ekstraktør (21).
3. 450 ml vannfattig ca. 100 % isopropanol avdestillert ved melfremstillingen

---

Sum 2120-2420 ml ca. 90 vol % isopropanol

---

+ fremstilling av 1500 ml ca. 100 % isopropanol fra 1670 ml ca. 90 vol % isopropanol ved azeotropisk destillasjon med f.eks. cykloheksan. (Azeotrop: 7,5 g/100 g vann, 18,5 g/100 g isopropanol, 74 g/100 g cykloheksan,  $k_p = 64,3^\circ$ ).

Går man ut fra at det vil koste omtrent like meget å fremstille ca. 100 % isopropanol av ca. 90 vol % som å destillere isopropanol på vanlig måte (90 vol %), vil det samlede varmeforbruk til destillasjonen tilsvare avdestillering av 3,8-4 l. (ca. 3,1 kg) 90 vol % isopropanol pr. kg presskake. Det beregnede oppløsningsmiddelbruk bygger på laboratorieforsøkene og bør betraktes som omtrentlig.

Ved ekstraksjonsprosessen slipper man å avdampe presskakens opprinnelige vanninnhold - ca. 530 g pr. kg presskake.

Forsøk med vannholdig isopropanol (89-97,5 vol %)  
ved ekstraksjon av presskake fra fet fisk  
-----

I de foregående forsøk ble der utarbeidet en metode for ekstraksjon av silde- og makrellpresskake med 100 % isopropanol. En variasjon av vanninnholdet i isopropanolen i disse undersøkelser ville komplisere forholdene meget og gjøre det særdeles vanskelig og meget arbeidskrevende å finne frem til de gunstigste betingelser for ekstraksjonen.

Da det er relativt kostbart å fremstille 100 % isopropanol ville meget være vunnet om man til ekstraksjonen kunne anvende en

vannholdig isopropanol som ga noenlunde samme tilfredsstillende melkvalitet og oppløsningsmiddelforbruk som 100 % isopropanol.

Til forsøkene med vannholdig isopropanol anvendte en den samme fremgangsmåte som ble utarbeidet for 100 % isopropanol.

Som orientering prøvde en først å ekstrahere fersk industripresskake (160 g) med 89 vol % (ca. 90 vol % er teoretisk azeotrop) isopropanol etter avvanning av presskaken til under 23 % vann i press-miscellaen. Elueringsforløp og fett i ekstrahert mel etter 12, 15, 18 og 30 eluater á 25 ml er oppsatt i tabell 1, kolonne 1 (fett i mel grafisk opptegnet i fig. 15).

Med 100 % isopropanol var avfettingen ferdig etter avtapping av ca. 12 eluater - det ekstraherte, tørre mel hadde da et fettinnhold på ca. 0,25-0,35 %. Av tabell 1 og fig. 15 vil en se at 100 % isopropanol er meget bedre oppløsningsmiddel for presskakefett enn isopropanol med 11 vol % vann som gir hele 0,87 og 0,64 % fett i ekstrahert mel etter henholdsvis 12 og 15 eluater - selv etter 30 eluater er der 0,45 % fett igjen i melet.

89 vol % isopropanol ga således ikke brukbare resultater med rimelige oppløsningsmiddelmengder. En utførte derfor forsøk med sterkere isopropanol i området 91 til 97,5 vol % isopropanol på følgende måte:

ca. 1 kg lite oksydert ( $N_2$ -beskyttet), nedkjølt industripresskake av makrell ble behandlet i hurtighakker i 15 min. 700 g opphakket masse ble deretter omrørt med 1500 ml 89 vol % isopropanol i 45 min. ved ca.  $70^{\circ}C$  og varmpresset. Vanninnholdet i pressvæskan var da under 23 %, og vekten av presskaken 545 g med 37 vekt % vannholdig isopropanol. Denne presskake ble delt i 4 like store deler og oppmalt i laboratoriemølle med grov sikt (nr. 10). 120 g av hver del ekstrahertes så med 91, 93, 95 og 97,5 vol % isopropanol i den før beskrevne ekstraksjonskolonne ved  $75^{\circ}C$  med uttak av 25 ml eluat pr. 1,5 min.

Ved eluering med 91 vol % isopropanol tok en ut 20 eluater - ved de høyere konsentrasjoner 15 eluater. Resultatene er oppsatt i tabell 1 og gjengitt grafisk i fig. 13, 14, 15, 16 og 17.

Av fig. 13 vil en se at elueringskurven for fett er høyere og smalere for stigende alkoholkonsentrasjon i elueringsmidlet. I fig. 14 er oppsatt % fett i ekstrahert mel i avhengighet av alkoholkonsentrasjonen etter 12, 15 og 18 eluater. Her er også tatt med det foran beskrevne forsøk med 89 vol % isopropanol. Av fig.

Tabell 1

Forsøk nr.	F 30	F 31 <sub>I</sub>	F 31 <sub>II</sub>	F 31 <sub>III</sub>	F 31 <sub>IV</sub>
g presskake	160	155	155	155	155
Vannholdig isopropanol for eluering	89 vol %	91 vol %	93 vol %	95 vol %	97,5 vol %
Ekstrahert mel, g	78	75	75,5	76	75

Eluat nr. å 25 ml	g fett pr. 25 ml eluat				
1	0,31	0,21	0,22	0,22	0,21
2	-	0,23	0,23	0,25	0,26
3	0,32	0,29	0,36	0,39	0,37
4	0,29	0,40	0,49	0,56	0,59
5	0,18	0,43	0,52	0,50	0,56
6	0,11	0,44	0,55	0,42	0,34
7		0,39	0,40	0,30	0,22
8		0,22	0,20	0,14	0,15
9		-		0,10	0,14
10	0,05	0,14	0,09	0,06	0,11
11					0,05
12		0,05	0,05	0,04	0,03
% fett i mel, ber.	0,87	0,45	0,37	0,34	0,25
13				0,03	0,025
14	0,03			0,02	
15			0,03	0,02	0,017
% fett i mel	(ber.) (0,74)	(ber.) (0,36)	0,23	0,25	0,18
16		0,02			
17					
18	0,03				
% fett i mel, ber.	0,65	0,27			
19					
20		0,01			
% fett i mel		0,24			
24	0,01				
30	0,01				
% fett i mel	0,45				

FIG. 13.

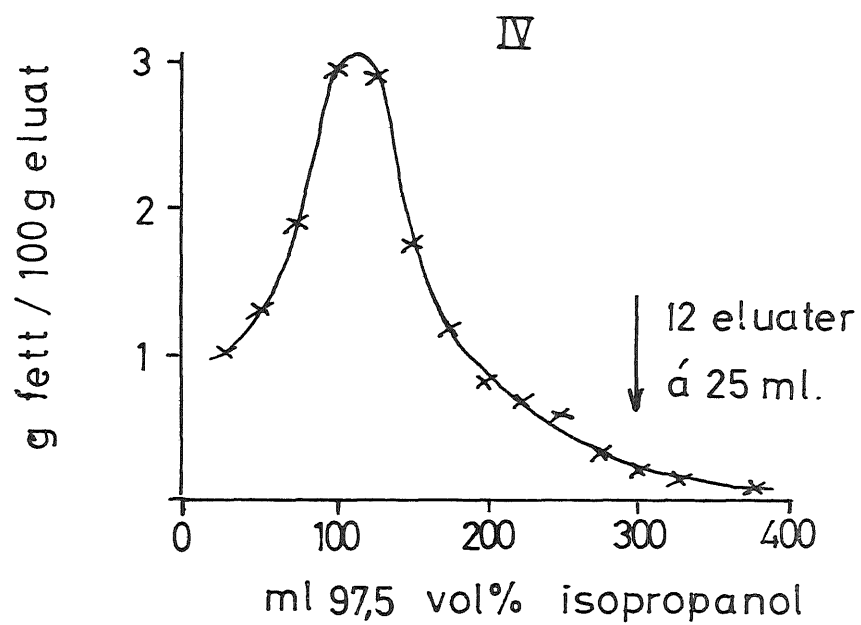
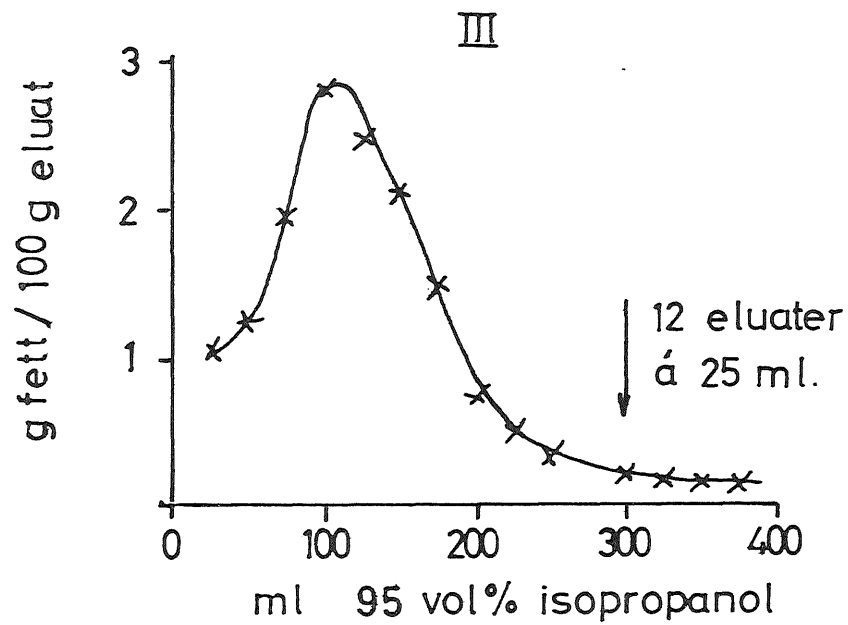
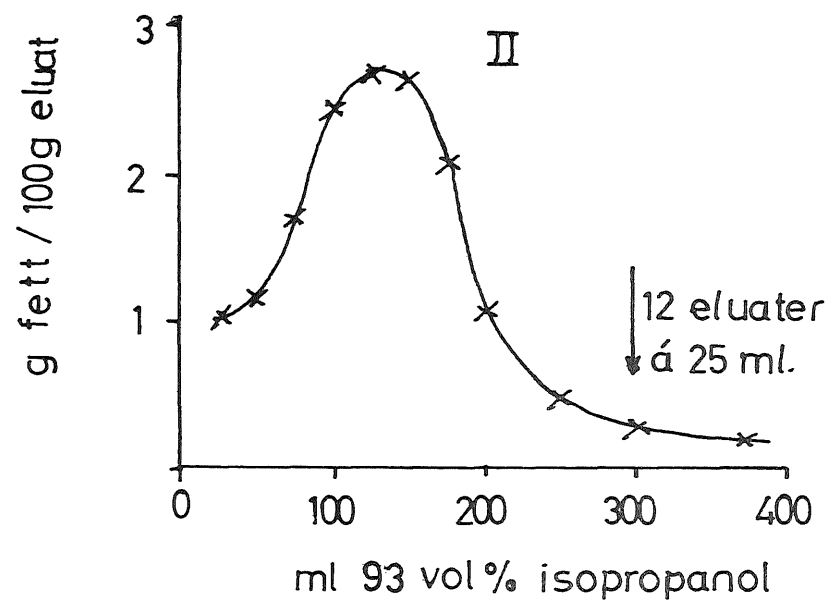
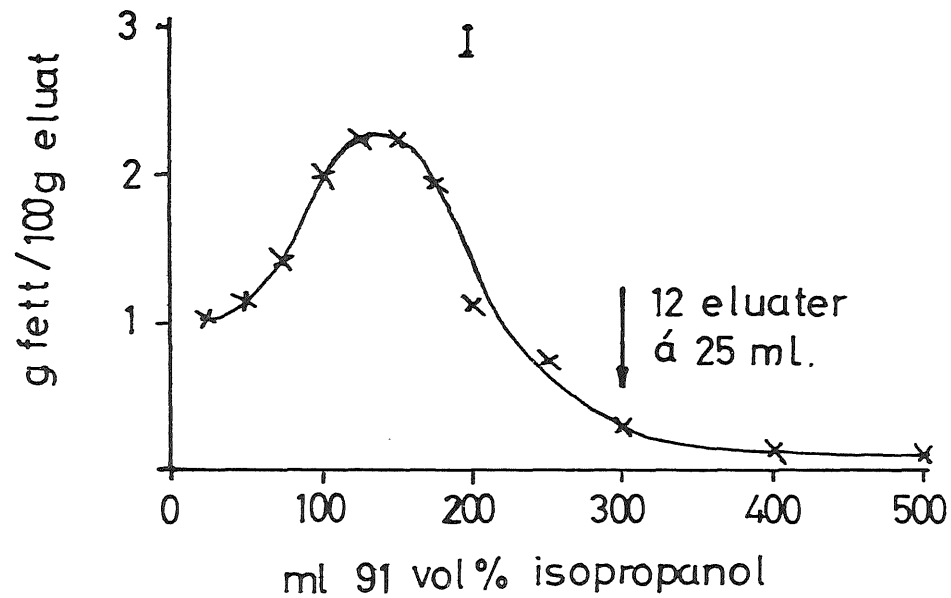


FIG. 14.

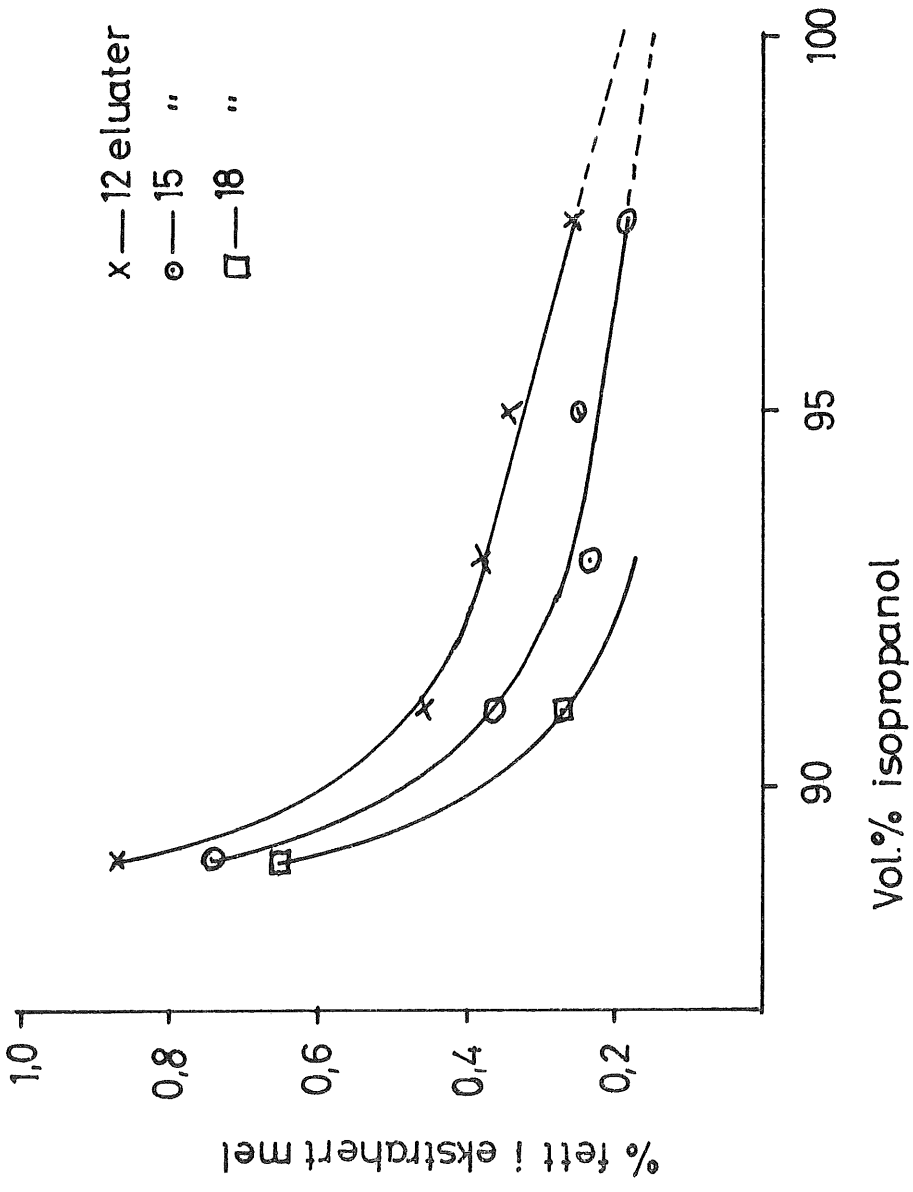


Fig. 15.

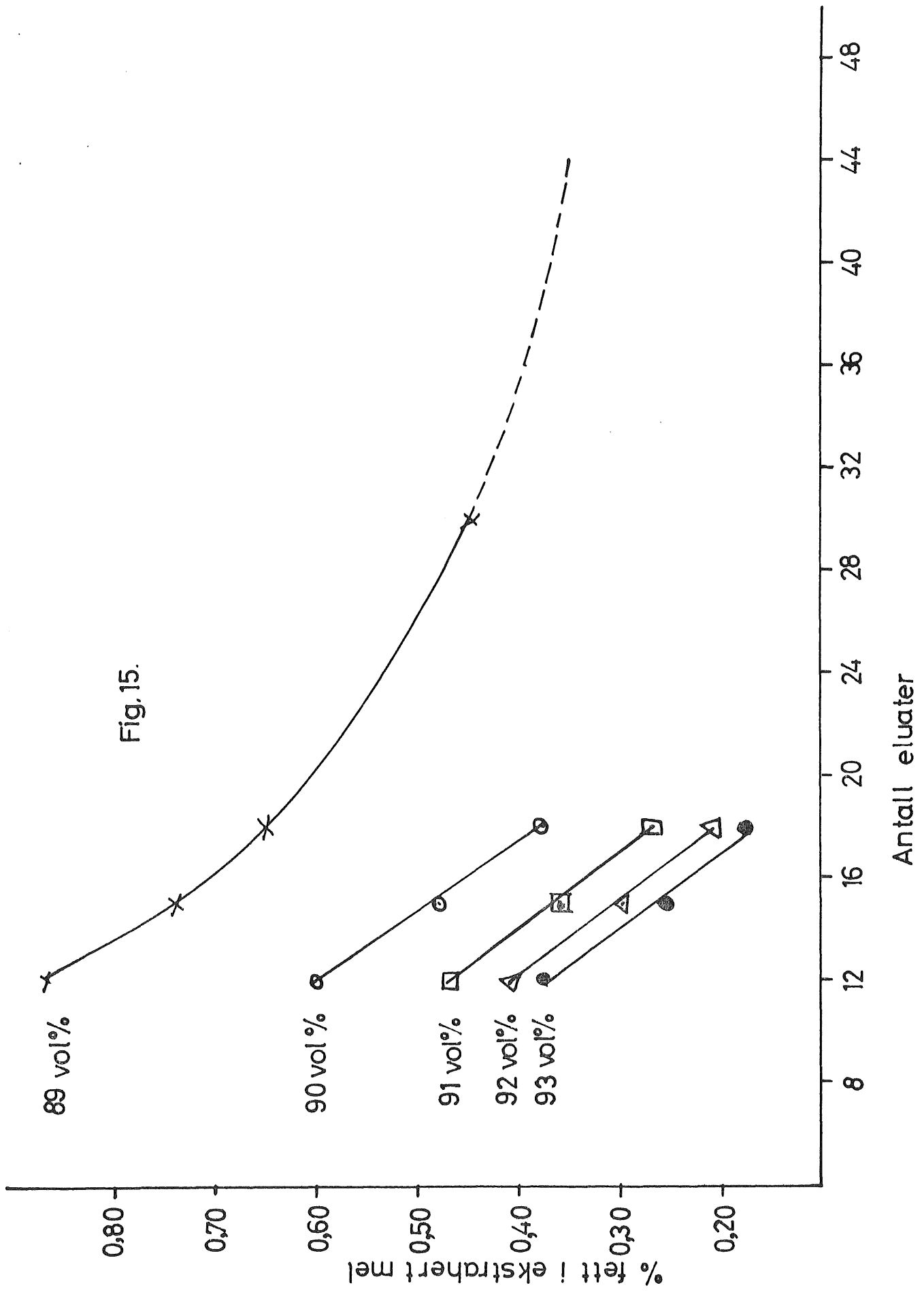
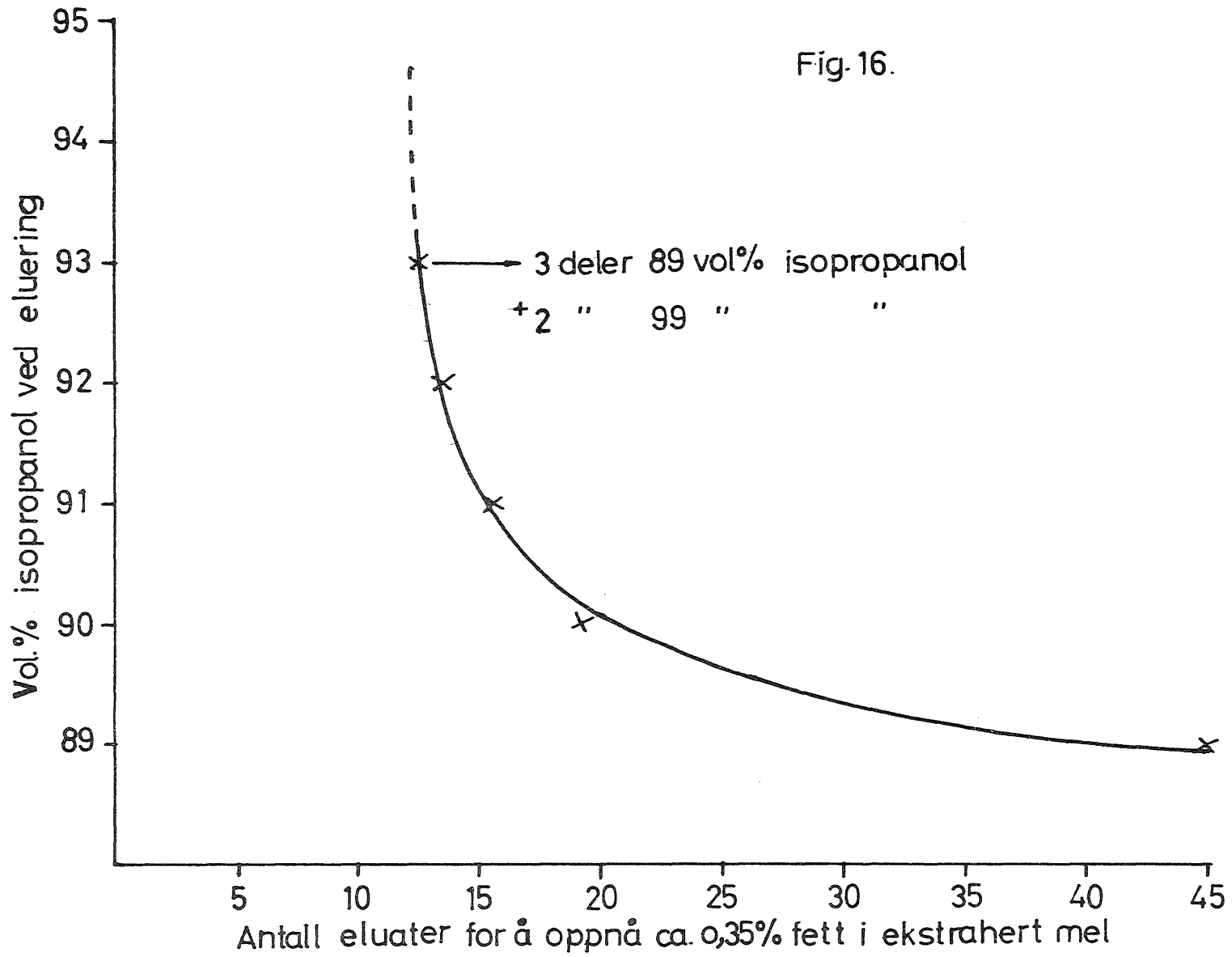




Fig. 16.



Totalt energiforbruk ved gjenvinning av oppløsningsmiddel pr. enhet presskake.

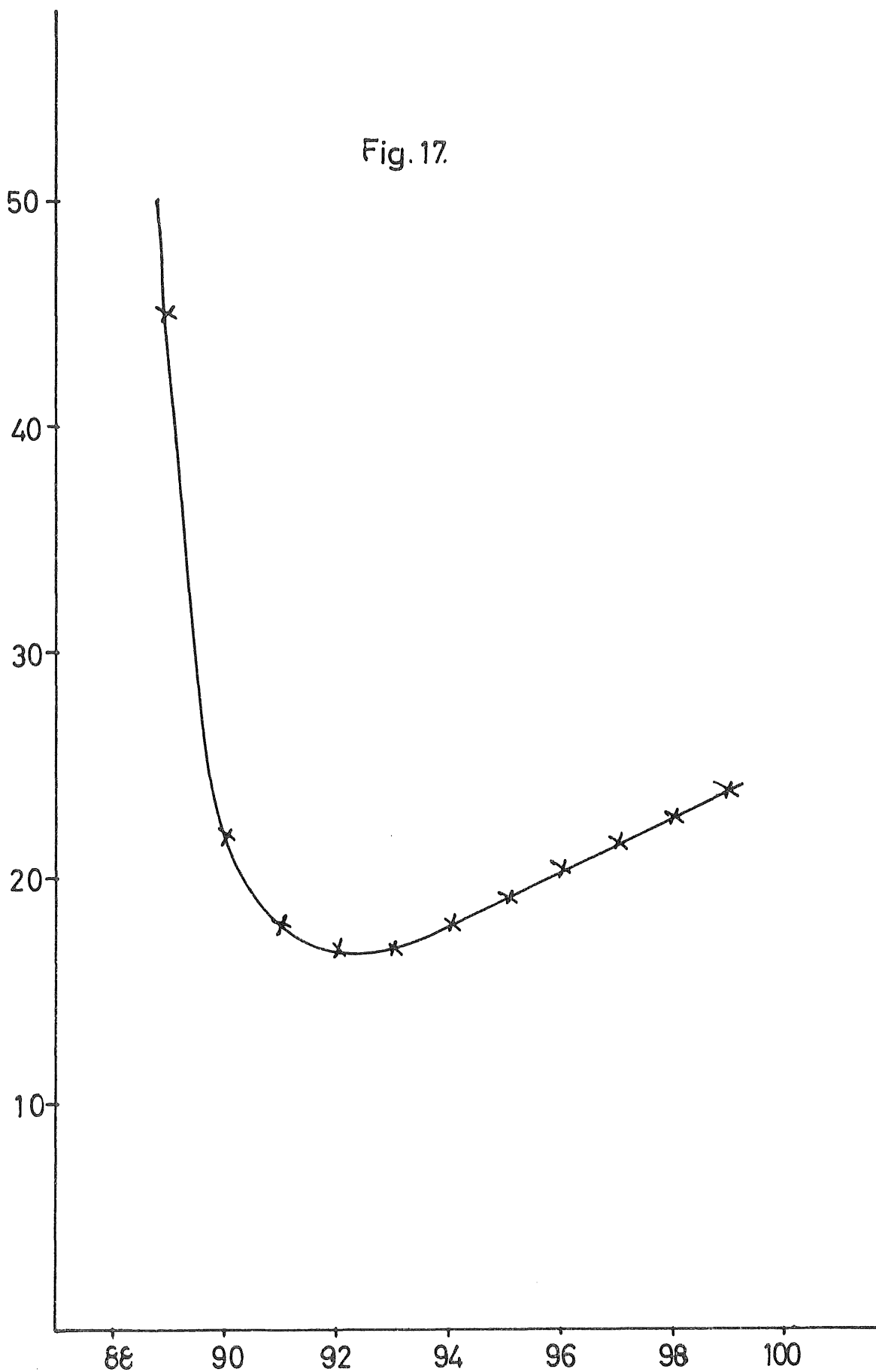


Fig. 17.

Vol.% ren isopropanol i oppløsningsmidlet

14 går det frem at % fett i mel avtar omlag proporsjonalt med stigende alkoholkonsentrasjon i området over ca. 92 vol % isopropanol. Med mer vann i alkoholen stiger fettinnholdet i det ekstraherte mel dessto hurtigere (logaritmisk) jo svakere alkoholen er.

Med målsettingen maks. 0,5 % fett i melet, og en sikkerhetsmargin på 0,15 %, skulle ca. 93-94 vol % isopropanol ifølge fettprosent-kurven (fig. 14, 12 eluater) være tilstrekkelig effektiv for avfetting av presskaken (ca. 160 g) med 12 eluater å 25 ml.

I fig. 14 er også opptegnet % fett i ekstrahert mel for flere enn 12 eluater. Settes % fett i mel i relasjon til antall eluater ved de forskjellige alkoholkonsentrasjoner fås fig. 15. Av figuren fremgår det at kurven for 89 vol % isopropanol ikke når 0,35 % restfett-nivået før etter ca. 40-50 eluater. Ved 90 vol %, 91 vol % og 93 vol % isopropanol nås nevnte fettnivå etter henholdsvis ca. 20, ca. 16 og ca. 12 eluater. I fig. 16 er så antall nødvendige eluater for å oppnå 0,35 % fett i mel oppsatt i relasjon til alkoholstyrken. Man vil her se at kurven går asymptotisk mot 93 vol % isopropanol - dvs. at man må opp i denne alkoholstyrke for å oppnå en tilstrekkelig effektiv ekstraksjon av presskakefettet med et minimumsforbruk av ekstraksjonsmiddel (omtrent som for 100 % isopropanol).

Det er omlag dobbelt så dyrt å fremstille 99 vol % som 89 vol % isopropanol. Tas antall nødvendige eluater for reduksjon av melets fettinnhold til ca. 0,35 % som mål for oppløsningsmiddelforbruket for samme mengde presskake, kan de relative mengder isopropanol, regnet som 89 vol %, som medgår til ekstraksjonen ved de forskjellige alkoholstyrker beregnes. Disse forhold er grafisk fremstilt i fig. 17. Av figuren vil en se at det totale energiforbruket ved selve destillasjonen for alkoholstyrker fra 93 vol % og oppover øker proporsjonalt med stigende mengde 99 vol % isopropanol i ekstraksjonsmidlet, fra 16,8 med 93 vol % til 24,0 med 99 vol % isopropanol.

Nevnte energiforbruk passerer et minimum - ca. 16,7 enheter - ved 92-93 vol % isopropanol, men stiger så meget raskt med synkende alkoholprosent, særlig fra 91 vol % og derunder. Løseligheten av "restfettet" i den ekstraherte presskake blir i dette området sterkt avhengig av vanninnholdet i isopropanolen. Ved ekstraksjon med 90 vol % isopropanol (teoretisk azeotrop) vil en økning

på 0,5 vol % vann i ekstraksjonsmidlet gi seg utslag i et merforbruk av isopropanol på ca. 30-40 %. De usikre forhold ved denne alkoholkonsentrasjon lar seg dessuten vanskelig tilpasse en kontinuerlig prosess.

Ifølge disse forsøk er anvendelse av 93 vol % isopropanol - 3 deler ca. 89 vol % + 2 deler ca. 99 vol % isopropanol - mest økonomisk ved ekstraksjon av presskake fra fet fisk når der kreves et ekstra fettfattig mel (< 0,5 % fett i melet) med nøytral smak og god lagringsbestandighet. Brukes 93 vol % i stedet for 100 vol % isopropanol reduseres energiforbruket ved regenerering av oppløsningsmidlet med ca. 30 %.

