

**УДК 665.3**

**Матюхов Д.В.**

**РАФИНАЦИОННЫЙ ЭФФЕКТ ЭТИЛОВОГО СПИРТА В  
ДОБЫВАНИИ И ПЕРЕРАБОТКЕ ПОДСОЛНЕЧНОГО МАСЛА**

*НТУ «ХПИ», Харьков, Фрунзе 21, 61002*

**UDC 665.3**

**Matyukhov D.V.**

**REFINING EFFECT OF ETHANOL IN SUNFLOWER OIL OBTAINING  
AND PROCESSING**

*NTU «KhPI», Kharkiv, Frunze 21, 61002*

*Доклад посвящен вопросам применения этилового спирта в технологии жиров. Рассматривается возможность обработки подсолнечного масла спиртом с целью вывода из масла сопутствующих веществ. На основании достигнутых результатов делается вывод о целесообразности использования для экстракции абсолютированного спирта и развития предлагаемой технологии по пути оптимизации гидромодуля в сторону его сокращения.*

*Ключевые слова: этанол, подсолнечное масло, экстракция, рафинационный эффект..*

*This report is devoted to ethanol application in technology of fats. Ethanolic treatment of sunflower oil for refining goal is considered. As result the conclusion about alcohol extraction with absolutized ethanol and development this technology by ratio "oil:ethanol" optimization towards is done.*

*Key words: ethanol, sunflower oil, extraction, refining effect.*

*Введение. Этиловый спирт представляет значительный интерес для масложировой промышленности в связи с большей безопасностью для здоровья человека по сравнению с традиционно применяемыми в этой области нефтепродуктами. При высоких температурах и правильно подобранной*

крепости этилового спирта можно добиться полной взаиморастворимости с растительным маслом или же просто достаточно высокой концентрации мисцеллы (около 10-ти %). При низких температурах растворимость основного компонента масла – ацилглицеринов резко падает (до значения нескольких процентов), а прочие компоненты, называемые сопутствующими веществами, определенным образом перераспределяются между двумя фазами: спиртовой и масляной. При этом как часть масла оказывается растворенной в спирте, так и наоборот, часть спирта растворена в масле. Знание закономерностей этих явлений может послужить основой для разработки процессов этанольной экстракции растительных масел и этанольной рафинации.

Несмотря на то, что этанольная экстракция различных маличных культур довольно известна, исследований в области переработки подсолнечника крайне мало [1],[2]. Кроме того, существует определенная неясность с потенциалом и направленностью оптимизации процесса. Указывалось, что путем можно получить и шрот и масло превосходного качества.[3] Если остановиться на последнем, очевидно, что во-первых, повышение качества масла происходит с возрастанием гидромодуля экстракции, что снижает ее экономический эффект, во-вторых, понятия о качестве масла со времён последних исследований изменились, и если ранее оно квалифицировалось, как не требующее рафинации, то теперь это может быть не так.

С целью обновления взгляда на проблему [4],[5] был поставлен эксперимент по изучению изменения таких показателей масляной фазы как кислотное число, содержание фосфолипидов, летучих и красящих веществ в зависимости от условий обработки нерафинированного подсолнечного масла этиловым спиртом. В результате эксперимента должен быть сделан стратегический вывод: нужно ли стремиться к цели получения масла, не требующего рафинации, и какие значения технологических параметров экстракции следует избрать.

В качестве исходного масла было взято нерафинированное пресловое подсолнечное масло длительное время подвергавшееся отстаиванию, Таким

образом предположительно в масле остались преимущественно фосфолипиды, относящиеся к «негидратируемым».

К изменяемым условиям обработки исходного масла относились:

- концентрация этанолового растворителя выраженная по этиловому спирту в массовых процентах. (были взяты следующие концентрации: 94,7%, 98,0%, 99,5%)

-соотношение масла к этаноловому растворителю (1:1; 1:2; 1:4)

-температура, при которой происходило распределение веществ между двумя фазами (10 °С и 20 °С)

В случае использования спирта концентрацией 98,0% и 99,5 % смешивание масла с растворителем производилось кипячением смеси 20 минут с обратным холодильником. В случае, требовавшем применения ректификованного спирта (94,7%), применялась установка с мешалкой и гидрозатвором, смешивание велось при температуре 65-70 °С в течение 30-ти минут. Затем обработка всех образцов заключалась в охлаждении до заданной температуры и отстаивании в течение 12-ти часов в колбе. Слой выделившегося масла, подвергался качественно-количественному анализу.

Содержание летучих веществ определялось высушиванием до постоянной массы в сушильном шкафу при 105 °С.

Образцами сравнения выступали исходное нерафинированное масло и масло торговой марки “Олейна”, рафинированное дезодорированное. Их характеристики приведены ниже (табл.1).

**Таблица 1**

**Характеристика образцов сравнения подсолнечного масла**

Характеристика	Исходное масло	Масло «Олейна»
Кислотное число, мг КОН/г.	3,2	0,1
Содержание фосфолипидов (в пересчете на стеароолеолецитин, %)	0,4	0,01
Оптическая плотность на 400 нм.	0,5	0

Маркировка образцов, используемая далее, следующая: первая строка обозначает крепость спирта, вторая соотношение «масло-спирт», а третья - температуру выдерживания. (табл.2 – 5.)

**Таблица 2**

**Содержание летучих веществ в образцах масла после обработки**

Образец	Кол-во летучих, %	Образец	Кол-во летучих,%	Образец	Кол-во летучих,%
99,5% 1:1 (10 °C)	12,2	98,0% 1:1 (10 °C)	9,6	94,7% 1:1 (10 °C)	7,8
99,5% 1:2 (10 °C)	11,8	98,0% 1:2 (10 °C)	9,6	94,7% 1:2 (10 °C)	8,1
99,5% 1:4 (10 °C)	11,4	98,0% 1:4 (10 °C)	9,3	94,7% 1:4 (10 °C)	7,8
99,5% 1:1 (20 °C)	12,4	98,0% 1:1 (20 °C)	9,8	94,7% 1:1 (20 °C)	8,2
99,5% 1:2 (20 °C)	12,0	98,0% 1:2 (20 °C)	9,7	94,7% 1:2 (20 °C)	8,0
99,5% 1:4 (20 °C)	11,6	98,0% 1:4 (20 °C)	9,5	94,7% 1:4 (20 °C)	7,7

Таблица 3

## Кислотные числа образцов масла после спиртовой рафинации

Образец	КЧ, мг КОН/г	Образец	КЧ, мг КОН/г	Образец	КЧ, мг КОН/г
99,5 1:1 (10 °С)	1,4	98,0 1:1 (10 °С)	1,9	94,7 1:1 (10 °С)	1,8
99,5 1:2 (10 °С)	1,0	98,0 1:2 (10 °С)	1,2	94,7 1:2 (10 °С)	1,3
99,5 1:4 (10 °С)	0,7	98,0 1:4 (10 °С)	0,9	94,7 1:4 (10 °С)	0,8
99,5 1:1 (20 °С)	1,8	98,0 1:1 (20 °С)	2,3	94,7 1:1 (20 °С)	2,1
99,5 1:2 (20 °С)	1,0	98,0 1:2 (20 °С)	1,6	94,7 1:2 (20 °С)	1,4
99,5 1:4 (20 °С)	0,7	98,0 1:4 (20 °С)	1,4	94,7 1:4 (20 °С)	0,9

Кислотные числа (табл.3) показывают зависимость главным образом от состава растворителя и, как правило, оказываются минимальными для абсолютного спирта (конц. 99,5%). Погрешность определения 0,1 мг/г.

Содержание фосфатидов приведенное в пересчёте на стеароолеолецитин, в высушенных маслах остается на уровне 0,30-0,37%, что очень незначительно

отличается от исходного (0,4%). Как известно, негидратируемые фосфатиды кефалиновой фракции плохо растворяются в этиловом спирте.

**Таблица 4**

**Содержание фосфатидов в образцах масла**

Образец	Кол-во фосфатидов, %	Образец	Кол-во фосфатидов, %	Образец	Кол-во фосфатидов, %
99,5 1:1 (10 °C)	0,33	98,0 1:1 (10 °C)	0,29	94,7 1:1 (10 °C)	0,32
99,5 1:2 (10 °C)	0,35	98,0 1:2 (10 °C)	0,33	94,7 1:20 (10 °C)	0,30
99,5 1:4 (10 °C)	0,37	98,0 1:4 (10 °C)	0,33	94,7 1:4 (10 °C)	0,30
99,5 1:1 (20 °C)	0,33	98,0 1:1 (20 °C)	0,29	94,7 1:1 (20 °C)	0,28
99,5 1:2 (20 °C)	0,37	98,0 1:2 (20 °C)	0,30	94,7 1:2 (20 °C)	0,32
99,5 1:4 (20 °C)	0,35	98,0 1:4 (20 °C)	0,30	94,7 1:4 (20 °C)	0,30

По йодной шкале все образцы, подвергшиеся обработке (табл. 5) находились в пределах 5-15-ти единиц единиц при изначальном значении цветности масла 25 единиц. Погрешность определения около 5-ти единиц.

Таблица 5

**Оптическая плотность масла, прошедшего обработку этаноловыми  
растворителями**

Образец	Оптическая плотность	Образец	Оптическая плотность	Образец	Оптическая плотность
	$\lambda=400$ нм		$\lambda=400$ нм		$\lambda=400$ нм
99,5 1:1 (10 °C)	0,26	98,0 1:1 (10 °C)	0,19	94,7 1:1 (10 °C)	0,22
99,5 1:2 (10 °C)	0,26	98,0 1:2 (10 °C)	0,19	94,7 1:2 (10 °C)	0,35
99,5 1:4 (10 °C)	0,18	98,0 1:4 (10 °C)	0,1	94,7 1:4 (10 °C)	0,32
99,5 1:1 (20 °C)	0,21	98,0 1:1 (20 °C)	0,15	94,7 1:1 (20 °C)	0,16
99,5 1:2 (20 °C)	0,22	98,0 1:2 (20 °C)	0,1	94,7 1:2 (20 °C)	0,18
99,5 1:4 (20 °C)	0,23	98,0 1:4 (20 °C)	0,1	94,07 1:4 (20 °C)	0,19

Заключение. Согласно нормативной документации в рафинированном дезодорированном масле кислотное число должно быть не более 0,25 мг/г,

Проба на фосфолипиды должна показывать отсутствие, цветность по йодной шкале - не более 10-ти.

Таким образом масло, обработанное этиловым спиртом в рамках условий опыта, имеет приемлемое значение показателя цветности, но по содержанию фосфолипидов и кислотному числу его не удастся перевести в разряд рафинированных. Главным выводом является то, что для задач спиртовой экстракции между преимуществом получения более чистого масла и оптимизацией гидромодуля следует все же выбирать второе. При этом рационально использовать спирт более высокой концентрации, так как он обладает лучшими растворяющими качествами по отношению к ацилглицеринам [6].

#### Литература:

1. Regitanodarce M.A.B. Sunflower-seed oil extraction with ethanol / M.A.B Regitanodarce, U.D. Lima // Journal of the american oil chemists society. — 1986. — № 63 (4). — pp. 428-428.
2. Sineiro J. Ethanolic extraction of sunflower oil in a pulsing extractor / J. Sineiro, H. Dominguez, M.J. Nunez., J.M. Lema // Journal of the american oil chemists society. — 1998. — №75 (6). — pp. 753-754.
3. Демидов И.Н. Использование этанола в масложировой промышленности / И.Н. Демидов // Олійно-жировий комплекс. — 2004. — № 1. — С. 21 - 23.
4. Magne F.C. Phase equilibrium data pertaining to the extraction of cottonseed oil with ethanol and 2-propanol / F.C. Magne, E.L. Skau // Journal of the american oil chemists society. — 1953. — №30 (7). — pp. 288 - 291.
5. Batista E. Liquid-liquid equilibrium for systems of canola oil, oleic acid, and short-chain alcohols / E. Batista, S. Monnerat, K. Kato, L. Stragevitch, A.J.A. Meirelles // Journal of chemical and engineering data. — 1999. — № 44 (6). — pp. 1360 - 1364.
6. Rao R.K. Alcoholic extraction of vegetable oils. 3. Solubilities of babassu, coconut, olive, palm, rapeseed, and sunflower seed oils in aqueous ethanol / R.K. Rao, L.K. Arnold // Journal of the american oil chemists society. — 1956. — №33 (9). — pp. 389 - 391.



References:

1. Regitanodarce M.A.B. Sunflower-seed oil extraction with ethanol / M.A.B. Regitanodarce, U.D. Lima // Journal of the american oil chemists society. – 1986. – № 63 (4). – pp. 428-428.
2. Sineiro J. Ethanolic extraction of sunflower oil in a pulsing extractor / J. Sineiro, H. Dominguez, M.J. Nunez., J.M. Lema // Journal of the american oil chemists society. – 1998. – №75 (6). – pp. 753-754.
3. Demidov I.N. Ispolzovanie etanola v maslozhirovoi promyshlennosti / I.N. Demidov // Oliyno-zhirovyi kompleks. – 2004. – № 1. – С. 21 - 23.
4. Magne F.C. Phase equilibrium data pertaining to the extraction of cottonseed oil with ethanol and 2-propanol / F.C Magne., E.L. Skau // Journal of the american oil chemists society. — 1953. — №30 (7). — pp. 288 - 291.
5. Batista E. Liquid-liquid equilibrium for systems of canola oil, oleic acid, and short-chain alcohols / E. Batista, S. Monnerat, K. Kato, L. Stragevitch, A.J.A. Meirelles // Journal of chemical and engineering data. — 1999. — № 44 (6). — pp. 1360 - 1364.
6. Rao R.K. Alcoholic extraction of vegetable oils. 3. Solubilities of babassu, coconut, olive, palm, rapeseed, and sunflower seed oils in aqueous ethanol / R.K. Rao, L.K Arnold // Journal of the american oil chemists society. – 1956. — №33 (9). — pp. 389 - 391.