

СОВЕРШЕНСТВОВАНИЕ ПРОИЗВОДСТВА ПОЛУЧЕНИЯ ПИХТОВОГО МАСЛА

В статье показано, что обогрев стенок камеры пихтоваренной установки дымовыми газами котла и паровая обработка периферийной древесной зелени повышают выход эфирного масла в среднем на 14 % отн. и содержание на 3 % с сокращением процесса на 3–4 часа.

Ключевые слова: модернизация, эфирное масло, дымовые газы, периферийная обработка.

V.N. Nevzorov, R.A. Stepen, T.V. Nevzorova

THE IMPROVEMENT OF THE SILVER-FIR OIL PRODUCTION

The article shows that the chamber wall heating of silver fir production installation by the cauldron fume gases and the steam treatment of the peripheral wood greenery increase the essential oil output by an average of 14% rel. and the content by 3% with a reduction process by 3–4 hours.

Key words: modernization, essential oil, fumes, peripheral processing.

Введение. Эфирные масла считаются одним из наиболее эффективных природных биологически активных продуктов, широко используемых во многих областях, прежде всего как сырье или ингредиент медицинских и парфюмерных композиций [1, 2]. В значительной мере это относится к пихтовому маслу, отгоняемому водяным паром из лесосечных отходов пихты сибирской – одной из пяти основных хвойных лесообразующих пород Красноярского края [3, 4]. В частности, получение из него камфоры по лечебным свойствам существенно превышает натуральную [5]. Вместе с тем во многих случаях при проведении рубок пихта из-за низкого качества древесины остается на лесосеках, создавая пожароопасные ситуации. В жаркие дни их причиной могут служить летучие терпеноиды – выделяющиеся из охвоенных побегов компоненты эфирного масла. Температура их воспламенения 48–49 °С, нижний предел – 38 °С [3]. Переработка охвоенных побегов (древесной зелени) пихты способна обеспечить пихтовым маслом нашу страну и быть статьей экспорта. В определенной мере это сдерживается недоработками в технологии, используемом оборудовании, недостаточным учетом влияния на выход продуктов, биоценологических и технологических факторов. Их оптимизация будет способствовать улучшению положения в этом лесохимическом направлении.

В настоящей работе рассматриваются результаты исследований по повышению выхода эфирного масла преимущественно за счет совершенствования аппаратуры по его выделению из сырья.

Выделению эфирного масла из древесной зелени пихты сибирской посвящено значительное количество исследований [3, 4, 6]. Однако даже в лучшие, 80-е, годы в стране перерабатывалось немного больше 4 %, а в Свердловской области 1,2 % от запасов этого сырья с выходом товарного продукта около 1 % [6]. Серьезной причиной сложившегося положения стало недостаточное внимание к совершенствованию технологии, и особенно оборудованию пихтоваренного производства. До настоящего времени отгонка масла продолжается до 17–20 ч, что обусловлено в том числе и неравномерной паровой обработкой сырья. Длительное пребывание его компонентов в высокотемпературной зоне снижает выход и ухудшает качество товарного продукта. В значительной мере и, как правило, лишь в патентах [7, 8 и др.] для удаления воды из кубовых конденсатов используются теплодымовые газы. Основные жидкие отходы (флорентинная вода) сливаются в природные водоемы, нанося вред их флоре и фауне. Ее негативное действие связано с присутствием в воде органических примесей, в первую очередь мелкодисперсной эмульсии эфирного масла. Последнее объясняется неудовлетворительным функционированием существующей конструкции флорентинного устройства.

Цель исследования. Совершенствование конструкции перегонной камеры установки путем обеспечения ее дополнительного обогрева дымовыми газами и равномерной обработки паром всей массы находящегося в ней сырья, а также сокращения потери масла с флорентинной водой за счет улучшения конструкции флорентинного устройства.

Методы исследования. Опыты проводили в перегонной камере разработанной пилотной установки объемом 15 л, вмещающей до 15 кг измельченной до размера частиц 3–5 мм древесной зелени пихты. Рав-

номерность ее обработки по всему объему достигается благодаря подаче пара из верхнего и бокового парораспределителей. Камера представляет собой емкость, соосно размещенную в металлическом корпусе. Между ними располагается рубчатая лента, прилегающие части которой привариваются к внутренней части корпуса, а другие – не достигают 1 см до внешней стенки камеры. Объем, образуемый между камерой и лентой, для аккумуляции тепла в промежутках между варками засыпан кварцевым песком, что снижает расход топлива при отгонке масла. Благодаря такой конструкции пространство между корпусом и незаполненными песком рубцами ленты становится каналом для прохода дымовых газов [7, 8]. Непосредственно при проведении опытов в лаборатории наполнитель нагревался посредством электрической энергии.

При проведении опытов камеру, стенки которой нагревали до 30–40 °С, заполняли измельченной древесной зеленью, герметично закрывали крышкой и из расположенных в верхней и боковой частях камеры парораспределителей подавали пар. Одновременно с этим осуществлялся постепенный нагрев стенок до 100 °С. Температура процесса на разных уровнях камеры непрерывно контролировалась соответствующими датчиками.

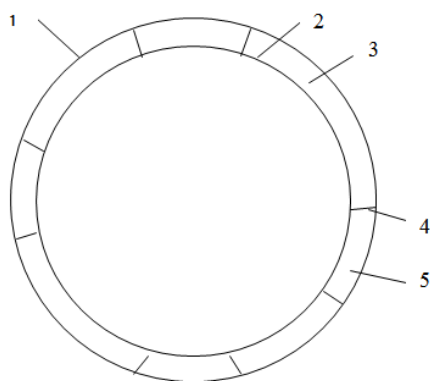
Эффективность разработанной установки оценивалась при сравнении результатов отгонки эфирного масла, полученного в серии опытов, проведенных при указанных и стандартных (при отключении обогрева стенок и подаче пара из бокового парораспределителя) условиях. **Объектом** исследования служила сентябрьская древесная зелень средней части кроны молодняков Красноярской лесостепи.

Образование эмульсии в существующих флорентинных устройствах происходит в связи с непрерывным перемешиванием сливающегося дистиллята с поднимающимся эфирным маслом. Его существенное сокращение при модернизации достигается размещением внутри аппарата вертикальной перегородки с нижним зазором, что обеспечивает разделение этих противоположно направленных процессов [9]. Оценка эффективности процессов проводили при сравнении результатов серии из десяти опытов разделения на существующем и модифицированном флорентинных устройствах модельной смеси. Ее приготавливали путем интенсивного перемешивания 10 г пихтового масла с 1000 мл воды, что соответствовало промышленным образцам. Смесь при постоянном взбалтывании равномерно пропускали через сравниваемые устройства в течение 60 мин. Разность между массой введенного (10 г) и выделенного масла представляла собой его потери в опыте.

Анализ эфирного масла проводили стандартными методами [10]. Его выход определяли волюмометрически с пересчетом на абсолютно сухую массу, плотность – пикнометрически. Содержание в нем борнилацетата находили методом ГЖХ на хроматографе Хром-5 с использованием набивной колонки с неподвижной фазой SE-30 (5 %) на хроматоне и пламенно-ионизационном детекторе.

Результаты исследования. Важным достоинством выделения эфирного масла на модифицированной установке является обогрев стенки камеры. Загружаемая древесная зелень при этом контактирует не с холодной, а теплой поверхностью, что сокращает продолжительность подготовительной стадии отгонки и в связи с этим всего процесса. Его средняя величина снижается на 6 %, что в перерасчете на производственные условия составляет 1,5–2 ч.

Схема размещения дымоходов в модернизированной установке приведена на рисунке. Техническая новизна пихтоваренных установок – в использовании дымоходов для подогрева пихтовой зелени в период подготовки установки РФ [11].



- 1 – наружная стенка пароварочного котла;
- 2 – внутренняя стенка пароварочного котла;
- 3 – кварцевый песок;
- 4 – внутренняя стенка дымохода;
- 5 – дымоход

Схема размещения дымоходов пихтоваренной установки

Большие возможности в пихтоваренном производстве обеспечивает равномерная обработка паром всей находящейся в камере древесной зелени. Для этого необходимо, чтобы наряду с центральным, как в существующих установках, пар подавался и из бокового парораспределителя. Благодаря этому существенно ускоряется отгонка масла из древесной зелени, находящейся в периферийной части камеры. О возможности интенсификации его выделения подобным образом указывается в ряде патентов, в которых обработка сырья осуществляется посредством конструирования паровых штанг с разветвленной сетью барботеров [7,11,12]. Однако сведения о практической реализации такого подхода даже в лабораторных исследованиях нам неизвестны.

Конструкция разработанной пилотной установки обеспечивает обогрев стенок и равномерное распределение пара по всему объему камеры [13]. В лабораторных условиях первое из них происходит при нагреве песка находящимися в нем теплоэнергетическими устройствами.

В промышленных установках стенки сохраняют аккумулированное песком тепло предыдущей варки. Равномерная подача пара по всему объему камеры обеспечивается функционированием центрального и бокового парораспределителей. Центральный вертикальный парораспределитель с приваренными к нему перпендикулярно расположенными барботерами с отверстиями закреплен в центре крышки камеры и проходит практически по всей ее высоте. Выходящий из его барботеров пар хорошо обрабатывает древесную зелень, размещенную в центре, и хуже – в периферийной части камеры. С учетом этого последняя дополнительно обрабатывается паром из бокового парораспределителя. Его подача осуществляется через паровую трубу с пульсаторами, откуда пар поступает в паропроводы на стенке камеры. Благодаря пульсации пара происходят короткие ритмичные вертикальные перемещения сырья, обеспечивающие интенсификацию выделения из него эфирного масла.

Подготовительная часть процесса выделения эфирного масла состоит в запуске парогенератора и подаче его дымовых газов в корпус камеры (в лабораторных условиях путем включения теплоэнергетических элементов) для разогрева ее стенок до заданной температуры. Вместе с этим камера загружается дисками с усредненной измельченной древесной зеленью.

По завершении загрузки древесной зелени камера закрывается крышкой, и установка подготавливается к запуску. Паропровод парового котла через разъемную аппаратуру соединяется с паровой трубой на крышке камеры, и после проверки герметизации открываются вентили подачи пара в центральный и периферийный парораспределители и далее в их паровые барботеры. Непосредственно перед подачей пара включается в работу система охлаждения. Обязательным при запуске установки является проверка функционирования контрольной аппаратуры и флорентинного устройства.

Разработанная конструкция позволяет проводить отгонку эфирного масла при стандартном и модифицированном режимах, что делает возможным оценить эффективность модернизированной установки. Для ее перевода для работы в стандартных условиях достаточно не включать обогрев стенок и периферийный парораспределитель.

При проведении исследований проведена серия сравнительных опытов. Помимо фиксирования начала (падения первой капли) и продолжительности процесса в целом, определяли выход эфирного масла и содержание в нем борнилацетата как основного критерия его качества.

Согласно экспериментальным данным, первые капли масла отмечались после работы установки в стандартных условиях 18 ± 3 мин, при обогреве стенок и включенном боковом парораспределителе – 6 ± 2 мин, то есть в первом случае потребовалось втрое больше времени, чем во втором. Заметно больше времени требуется и для полной отгонки эфирного масла – соответственно 273 ± 13 и 224 ± 8 мин. Средняя продолжительность его выделения снизилась на 49 мин, или в пересчете на отгонку на промышленной установке на 3,5–4 ч.

Помимо сокращения продолжительности процесса, при сравниваемых режимах наблюдаются изменения в выходе масла и содержании в нем борнилацетата (табл.1).

Выход масла в абс.сухом сырье на модернизированной установке на 0,4 %, или 14 % отн., больше, чем на используемой в настоящее время. Его пределы (соответственно 3,07–3,49 и 2,49–3,28 %) также значительно отличаются. Отсюда следует, что выработка на среднюю установку западносибирского типа в течение сезона может возрастать на 300–400 кг. Эффективность производства возрастает благодаря улучшению качества масла в связи с повышением в нем содержания борнилацетата. Согласно ОСТ 13-221-86, увеличение его содержания на 3 % соответствует переводу пихтового масла в более высокую категорию.

Изменчивость показателей отгонки пихтового масла при модернизации установки

Номер опыта	Модифицированная установка		Стандартная установка	
	Выход, %	Содержание борнилацетата, %	Выход, %	Содержание борнилацетата, %
1	3,41	32,2	2,76	25,4
2	3,10	24,5	3,22	24,9
3	3,18	23,9	2,65	29,6
4	3,45	27,1	2,58	24,1
5	3,07	28,5	2,49	23,0
6	3,49	31,4	3,12	30,2
7	3,33	33,6	3,18	31,0
8	3,16	30,1	3,28	26,4
9	3,44	27,4	2,63	24,1
10	3,17	25,3	2,80	22,3
$\bar{x} \pm m$	3,28±0,05	29,6±1,0	2,87±0,09	26,6±1,0
σ_x	0,160	3,08	0,298	3,29
V, %	4,86	10,4	10,4	12,4

Снижение продолжительности отгонки, повышение выхода масла и содержания в нем борнилацетата при его отгонке из древесной зелени пихты на модернизированной установке обусловлено несколькими факторами. По-видимому, главным из них является одновременная обработка древесной зелени во всем объеме камеры, включая периферийную часть, чему способствовали обогрев стенок и подача пара из бокового парораспределителя. Их действие результативилось в ускоренное удаление терпеноидов и снижение их потерь за счет окисления, конденсации и других реакций.

Улучшение экономики пихтоваренного производства достигается и при модернизации флорентинного устройства промышленных установок. Оно происходит благодаря сокращению потери мелкодисперсной эмульсии эфирного масла. Суть модернизации состоит в отделении приемной части от основного объема аппарата, что резко сокращает ее образование. Оно осуществляется размещением в устройстве вертикальной с нижним зазором перегородки, через которую дистиллят перетекает из приемной в основную часть. Благодаря этому, его и поднимающего масла потоки движутся в одном направлении, что ускоряет разделение дистиллята и полноту выделения из него масла.

Результаты опытов по разделению модельной смеси (10 г пихтового масла в 1 л воды) при комнатной температуре посредством стандартного и модернизированного флорентинного устройства приведены в таблице 2.

Выделение пихтового масла из модельной смеси в стандартном и модернизированном устройствах

Номер опыта	Стандартное устройство		Разработанное устройство	
	Выход, г	Потери, г	Выход, г	Потери, г
1	9,53	0,47	9,77	0,23
2	9,45	0,55	9,69	0,31
3	9,74	0,26	9,71	0,29
4	9,55	0,45	9,59	0,41
5	9,62	0,38	9,48	0,52
6	9,48	0,52	9,82	0,18
7	9,67	0,33	9,75	0,25
8	9,59	0,41	9,68	0,32
9	9,71	0,29	9,74	0,26
10	9,43	0,57	9,58	0,42
$\bar{x} \pm m$	9,58±0,03	0,42±0,03	9,68±0,03	0,32±0,03
σ_x	0,108	0,108	0,106	0,106
V, %	1,13	25,7	1,10	33,1
X _{max-min}	9,43-9,74	0,26-0,57	9,48-9,77	0,23-0,52

Эффективность разделения модельной смеси в обоих вариантах опытов достаточно высокая, хотя и выше при использовании разработанного аппарата – соответственно около 4 и 3 % от содержащегося в воде эфирного масла. Расхождение величины потерь в сериях опытов проявляется в виде тенденции и во многих случаях перекрывается.

Проведены эксперименты по оценке влияния основных факторов на потерю эфирного масла на стадии разделения дистиллятов посредством сравниваемых флорентинных устройств. При критерии разделения (y_p) величины потери эфирного масла в качестве переменных факторов взяты температура подаваемого на разделение дистиллята (x_1), скорость его подачи (x_2) и тип устройства (x_3). Обработка данных проведена методом множественного регрессивного анализа с помощью пакета MS EXEL и StatSoft Statistica 6.0.

Проведенный расчет показывает, что зависимость между потерей эфирного масла при разделении дистиллята и указанными факторами выражается уравнением

$$y_p = 0,4376 - 0,00077 x_1 + 0,00060 x_2 - 0,09385 x_3$$

с множественным коэффициентом корреляции 0,944 и статической значимостью регрессии $p < 0,05$. Адекватность найденного уравнения опытным данным подтверждается близкими значениями рассчитанных по нему и найденных опытным путем величинами потерь масла (табл.3).

Таблица 3

Результаты реализации плана эксперимента

Номер опыта	x_1	x_2	x_3	Уоп.	y_p
1	20	60	1	0,38	0,37
2	40	60	1	0,34	0,35
3	20	60	2	0,28	0,27
4	40	60	2	0,24	0,25
5	20	120	2	0,32	0,31
6	40	120	2	0,30	0,30
7	20	120	1	0,41	0,39
8	40	120	1	0,37	0,40

Значения коэффициентов анализируемых переменных факторов в уравнении показывают, что максимальные потери масла связаны с применяемым типом флорентинного устройства. Его величина более чем на три порядка превышает значения показателей двух других переменных. Их сравнение показывает, что скорость подачи и температуры дистиллята гораздо меньше сказывается при выделении эфирного масла по сравнению с типом используемого флорентинного устройства. При этом если повышение температуры дистиллята негативно отражается на процессе, то ускорение протекания способствует разделению.

Выводы. Проведенные исследования показывают, что использование дымовых газов парогенератора для нагрева стенки перегонной камеры пихтоваренной установки и дополнительная обработка паром расположенной в периферийной части камеры древесной зелени сокращают продолжительность отгонки эфирного масла на 3-4 ч, повышают выход эфирного масла на 14 отн. и содержание в нем борнилацетата на 3 %. Повышение эфирного масла на 1 % дополнительно происходит при использовании для разделения дистиллята разработанного флорентинного устройства, влияние применения которого намного значительнее по сравнению со скоростью и температурой процесса.

Литература

1. Хейфиц Л.А., Дашунин В.М. Душистые вещества и другие продукты для парфюмерии. – М.: Химия, 1994. – 256 с.
2. Паршикова В.Н., Степень Р.А. Ресурсосберегающие технологии и потребительские свойства эфирных масел. – Красноярск: Изд-во КГТЭИ, 2006. – 258.
3. Степень Р.А. Невзоров В.Н., Невзорова Т.В. Организация пихтоваренного производства пихтового масла. – Красноярск: Изд-во КрасГАУ, 2010. – 104 с.
4. Лобанов В.В., Лобанова Е.Э., Степень Р.А. Комплексная переработка древесной зелени в условиях малого пихтоваренного производства. – Красноярск: Изд-во СибГТУ, 2007. – 144 с.
5. Рудаков Г.А. Химия и технология камфоры. – М.: Лесн. пром-сть, 1976. – 208 с.

6. Рекомендации по модернизации пихтоваренных установок и увеличению производства пихтового масла на предприятиях Минлесбумпрома СССР / Г.В. Ляндрис [и др.]. – Красноярск: Изд-во СибНИИЛП, 1986. – 54 с.
7. Патент № 2393208 РФ. Установка для переработки зелени пихты / В.А. Самойлов, Т.В. Невзорова, В.В. Беляев, А.Н. Ярум. – Заявка № 2008145554 от 27.06.2010.
8. Технология натуральных эфирных масел и синтетических душистых веществ / И.И. Сидоров [и др.]. – М., 1984. – 360 с.
9. Ушанова В.М., Лебедева О.И., Девятловская А.Н. Основы научных исследований. Ч. 3. – Красноярск: Изд-во СибГТУ, 2004. – 360 с.
10. Пат. 226442 Российская Федерация, МПК С11 В9/02. Установка для переработки зелени пихты / В.Н. Невзоров, Е.И. Максимов. – Заявитель и патентообладатель Сиб. гос. технол. ун-т. – 200213041/13; заявл. 17.12.02; опубл.20.09.04, Бюл. № 26 (11 ч.). – 6 с.
11. Пат. № 2440408 Российская Федерация, МПК С11 В9/00. Установка для отгонки эфирного масла / В.Н. Невзоров, Р.А. Степень, Т.В. Невзорова, А.И. Ярум, В.А. Самойлов. – Заявитель и патентообладатель Краснояр. гос. аграр. ун-т. – 2010122192/13; заявл. 31.06.2010; опубл.20.01.2012. – 4 с.
12. Пат. № 2393208 Российская Федерация, МПК С11 В9/00, С11 В9/02. Установка для переработки зелени пихты / В.А. Самойлов, Т.В. Невзорова, В.В. Беляев, А.Н. Ярум. – Заявитель и патентообладатель Краснояр. гос. аграрн. ун-т. – 2008145554/13; заявл. 18.11.2008; опубл. 27.06.2010, Бюл. № 18. – 7 с.



УДК 664

А.А. Беляев

ДЕГУСТАЦИОННАЯ ОЦЕНКА ОБРАЗЦОВ СОКА ИЗ МЕЛКОПЛОДНЫХ ЯБЛОК И ДИКОРАСТУЩИХ ЯГОД ВОСТОЧНОЙ СИБИРИ

В статье рассматриваются результаты исследований дегустационной оценки образцов сока из мелкоплодных яблок и дикорастущих ягод Восточной Сибири, разработка экспертно-аналитической модели дегустационной оценки.

Ключевые слова: дегустационная оценка, органолептические свойства, экспертно-аналитическая модель, уравнение регрессии.

А.А. Belyaev

SAMPLE TASTING ASSESSMENT OF THE JUICE FROM SMALL-FRUITED APPLES AND WILD BERRIES OF THE EASTERN SIBERIA

The research results of the sample tasting assessment of the juice from small-fruited apples and wild berries of the Eastern Siberia, the development of the tasting assessment expert-analytical model are considered in the article.

Key words: *tasting assessment, organoleptic properties, expert-analytical model, regression equation.*

Введение. Дегустационная (органолептическая) оценка проводится, как правило, с помощью органов чувств. Научно организованный дегустационный анализ по чувствительности превосходит многие приемы лабораторного исследования, особенно в отношении таких показателей, как вкус, запах и консистенция. Это апробированный и широко распространенный способ определения качества пищевых продуктов, который в комплексе с методами лабораторного анализа позволяет характеризовать частные органолептические признаки качества. Однако на оценки дегустаторов влияют физические состояния (болезнь, усталость, незаметные физические отклонения), которые могут снизить объективность дегустационной оценки. В статье предлагается для повышения объективной оценки перейти к двухступенчатой процедуре, включающей предварительный и основной уровни измерений качества продукта.

Актуальность исследований. Для улучшения качества питания человека должны использоваться натуральные соки местного происхождения. Целесообразно производство сока с невысокой себестоимостью, полученной вследствие широкого ареала произрастания мелкоплодных яблок и дикорастущих ягод.

Цель исследований. Совершенствование метода дегустационной оценки качества сока из мелкоплодных яблок и дикорастущих ягод для снижения затрат на проведение экспертизы продукта.