

СИЛКА І.М., аспірант, ФРОЛОВА Н.Е., канд. техн. наук, доцент, УСЕНКО В.О., ст. наук. співроб.

Національний університет харчових технологій, м. Київ

ВИКОРИСТАННЯ СПОСОБУ ІМІТОВАНОЇ ДИСТИЛЯЦІЇ ЕФІРНИХ ОЛІЙ ПРИ ВИРОБНИЦТВІ АРОМАТИЗАТОРІВ

Найбільш перспективним та продуктивним способом виробництва натуральних ароматизаторів є переробка ефіроолійної сировини, заснована на фракційній перегонці при низькому тиску з селективним виділенням окремих фракцій. Розроблений спосіб імітованої дистиляції дозволяє розділити ефірні олії на компоненти та їх фракції за температурами кипіння за короткий проміжок часу з максимальною адекватністю фракційній перегонці на ректифікаційній колоні. Це дає змогу визначити фізико-хімічні й органолептичні властивості фракцій, встановити основні технологічні режими фракційної перегонки на промисловій установці вакуумного фракціонування.

Ключові слова: фракційна перегонка, ефірна олія, фракція, газова хроматографія.

The most perspective and productive way of manufacture natural flavorings is processing essential oils raw materials. It is based on fractional distillation at low pressure with selective allocation of separate fractions. The way of simulation distillation allows to divide essence into components and their fractions behind boiling temperatures in a short time interval with the maximum adequacy to fractional distillation on fraction colon. It gives the chance to define physical and chemical and sensory properties of fractions, to establish the basic technological modes of fractional distillation on the plant to installation vacuum fraction.

Keywords: fractional distillation, essential oils, fraction, gas chromatography.

Натуральні харчові ароматизатори формують сенсорний імідж продукту та спонукають сучасного споживача сприймати його функціональні особливості. Проте їх асортимент на ринку України представлений дуже слабо. Це пов'язано з лабільністю органолептичних властивостей натуральних ароматичних речовин, які легко піддаються псуванню з огрубленням запаху та смаку. Науковцями ведуться пошуки способів переробки сировини, які б забезпечили отримання натуральних ароматизаторів із стабільними характеристиками. Такі дослідження є економічно доцільними, оскільки розширення асортименту ароматизаторів сприятиме зниженню їх вартості.

Аналіз сучасних виробництв натуральних ароматизаторів свідчить, що найбільш ефективною та продуктивною є переробка ефіроолійної сировини, заснована на способі фракційної перегонки при низькому тиску з селективним виділенням окремих фракцій із заданими ароматичними властивостями.

Фракційна перегонка дозволяє не тільки підвищити стабільні характеристики, але й створити нові напрямки аромату на основі однієї ефірної олії. Деякі види олій фракціонують обов'язково, наприклад, промислові ефірні олії евкалипту та м'яти.

Ряд ефірних олій, наприклад, іланг-ілангу піддають фракційній перегонці при зниженому тиску (вакуумі) для одержання 5...6 фракцій різного хімічного складу та аромату. Фракційну перегонку ефірної олії кропу проводять на установці вакуумного фракціонування за таких умов: тиск 1,32...2,64 кПа, температура 67,1...155,3 °С, флегмове число 4,2...6,2. Це дозволяє отримати фракції, збагачені цільовими компонентами з різними ароматичними властивостями. З отриманих фракцій складають композиційні ароматизатори "Кріп – елітний аромат" та "Пряний лимон"[1].

Аромат фракцій залежить від технологічних параметрів фракційної перегонки ефірних олій (тиск, флегмове число, межі відбору, температура пари) для встановлення яких необхідно провести серію досліджень. Цей процес довготривалий (5...8 год на один дослід) вимагає підготовки установки до роботи (миття, сушіння) та значних

витрат ефірних олій (50 дм³ на один дослід).

З огляду на це промислове виробництво натуральних ароматизаторів потребує оптимізації та удосконалення, застосування сучасних інструментальних методів аналізу, які б дозволили повністю замінити або імітувати фракційну перегонку з метою встановлення основних технологічних параметрів без значних витрат. Широкі можливості препаративної хроматографії дозволяють створити спосіб імітованої дистиляції з отриманням окремих компонентів та їх фракцій аналогічно фракційній перегонці [2]. Препаративна хроматографічна колонка подібно до аналітичної капілярної імітує процес дистиляції [3], а система відбору дозволяє виділити складові за принципом фракційної перегонки.

Поставлена задача відрізняється від класичного використання препаративної хроматографії, а саме - виділення індивідуальних компонентів високого ступеня чистоти [4]. Тому було теоретично опрацьовано та виготовлено спеціальну насадкову градієнтну колонку ефективністю 50 теоретичних тарілок, що максимально наближається до ефективності ректифікаційної колонки.

Спосіб імітованої дистиляції дозволяє розділити ефірні олії на компоненти та їх фракції за температурами кипіння за короткий проміжок часу з максимальною адекватністю фракційній перегонці на ректифікаційній колонці. Це дає змогу визначити фізико-хімічні й органолептичні властивості фракцій, встановити основні технологічні режими фракційної перегонки на установці вакуумного фракціонування. Імітована дистиляція ефірних олій препаративною газовою хроматографією потребує спеціальних хроматографічних умов концентрування та виділення індивідуальних ароматичних речовин і їх фракцій, які були встановлені шляхом експериментального підбору кожного параметра, виходячи з експлуатаційних можливостей приладів та кінцевої температури кипіння ефірних олій (табл. 1). Після встановлення необхідних параметрів роботи хроматографа проводиться імітована дистиляція ефірних олій з отриманням фракцій.

Збірник ароматичних речовин та їх фракцій підключається на виході з хроматографічної колонки через

Таблиця 1
Умови імітованої дистиляції на препаративному хроматографі

Швидкість потоку газу-носія, см ³ /хв	70...100	
Температура, °С	інжектора	220
	термостата колонки	150...230
	збірника фракцій	230
	сосуду Дьюара	-70
детектора	230	

катарометр. До збірника приєднуються конусоподібні скляні пробірки – вловлювачі фракцій, які занурюються в посудину Дьюара, наповнену сумішшю сухого льоду з ацетоном, що забезпечує температуру — 70 °С і більш повну конденсацію виділених речовин. Включається хроматограф і встановлюються робочі режими згідно таблиці 1. В інжектор вводиться 0,7...0,8 см³ ефірної олії.

При появі на хроматограмі початку піка індивідуальної речовини тумблером відкривається вхід у вловлювач фракцій. Виділення продовжується до кінця піка індивідуальної речовини на хроматограмі і закривається тумблером вхід до вловлювача фракцій.

Встановлюється час виходу основних ароматичних компонентів та підбираються межі відбору фракцій. Напряцювання необхідних кількостей фракцій проводиться шляхом однотипних розгонок ефірних олій, збільшивши об'єм зразка до 1 мл. У ході досліджень ефірної олії кмину було проведено імітовану дистиляцію на препаративному хроматографі «Хром-31». Для отримання фракцій розділяли 0,7...1 мл ефірної олії кмину за встановленими умовами способу імітованої дистиляції препаративною газовою хроматографією в режимі лінійного програмування температури термостату колонки. Оптимальні умови збору виділених окремих компонентів та фракцій ефірної олії кмину становлять: температура термостата колонки програмується від 170 до 230 °С зі швидкістю 5 °С/хв, температура корпусу вловлювача 260 °С, температура в посудині

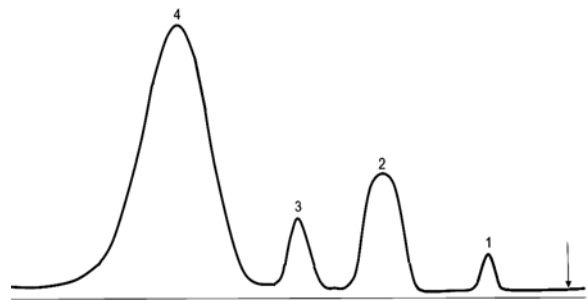


Рис. 1. Хроматограма імітованої дистиляції ефірної олії кмину
1 – β -мірцен, 2 – лімонен, 3 – α -терпінеол, 4 – карвон

що показано у таблиці 2.

Основними ароматичними речовинами ефірної олії кмину є лімонен з вмістом 39...41 % і І-карвон з вмістом 54...57 %, кількість інших компонентів становить 0,01...0,92 %, що виключає можливість виділення їх окремими фракціями. Із ефірної олії кмину виділено чотири фракції: до першої входять всі ароматичні речовини, які виходять з колонки до лімонену, до другої – лімонен, до третьої α -терпінеол та інші, до четвертої – І-карвон та решта компонентів. Дослідження складу фракцій ефірної олії кмину проводили за методикою газохроматографічного аналізу [5]. У результаті було встановлено компонентний склад та масові частки ароматичних речовин у фракції (табл. 2).

Визначення органолептичних та фізико-хімічних характеристик отриманих фракцій ефірної олії кмину, отриманих способом препаративної імітованої дистиляції, дили за загальноприйнятими і стандартизованими методами. В ефірній олії та фракціях визначали органолептичні показники [6].

Результати органолептичного дослідження ефірної олії кмину та її фракцій наведені у таблиці 3.

Таблиця 3
Органолептичні показники ефірної олії кмину та її фракцій

Номер фракції	Зовнішній вигляд	Запах	Смак
1	Рухлива прозора безбарвна рідина	Трав'яний	Різкий
2	Прозора жовта рідина	Лимонний	Солодкуватий
3	Рідина світло-жовтого кольору	Квітковий з тоном кмину	Гіркуватий
4	Рухлива рідина коричневого кольору	Кминний	Гіркий

Проведена експериментальна робота показала можливість отримання фракцій із ефірних олій способом імітованої дистиляції на препаративному хроматографі, які відрізняються між собою фізико-хімічними та органолептичними властивостями. Це може стати основою для виробництва харчових натуральних ароматизаторів на основі фракцій ефірних олій пряно-ароматичних рослин широко розповсюджених в Україні.

Поступила 02.2010

СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ

1. Пат. №11359 Україна, МПК⁷ C11 B1/10, C11 B9/02. Спосіб отримання ароматизатора «Кріп елітний аромат» / Усенко В.О., Фролова Н.Е., Чепель Н.В.; замовник і патентовласник Націон. унів.-т харч. техн. – № 200506451; заявл. 30.06.2005; опубл. 15.12.2005, Бюл. №12.
2. Фролова Н.Е. Спосіб імітованої дистиляції – раціональна основа фракційної перегонки / Н.Е. Фролова, А.І. Українець, І.М. Силка // Харчова промисловість. – 2009. – № 8. С. 96–99.
3. Pat. 3527567 USA MPK⁷ B 01d. Analytical distillation by gas chromatography / Philyaw L.E.; assignors to shell oil company, New York; filed Sept. 15 1997, ser. №668075.
4. Сакодинский К.И. Препаративная газовая хроматография / К.И. Сакодинский, С.А. Волков. – М.: "Химия", 1972. – 208 с.
5. Масла эфирные, вещества душистые и полупродукты их синтеза. Газохроматографический метод анализа: ГОСТ 14618.5-78.
6. Олії ефірні та продукти ефіроліїного виробництва. Правила приймання, відбір проб та методи органолептичних випробувань: ДСТУ 2729–94. – [Чинний від 1994-01-05]. – К.: Держспоживстандарт України, 1996. – 33с. – (Національний стандарт України).