

Д.В. Матюхов (НТУ «ХПИ», Харків)

Ф.Ф. Гладкий, д-р техн. наук (НТУ «ХПИ», Харків)

ВПЛИВ ТЕХНОЛОГІЧНИХ ПАРАМЕТРІВ НА РЕЗУЛЬТАТИ ЕКСТРАКЦІЇ МАКУХИ СОНЯШНИКУ ЕТИЛОВИМ СПИРТОМ

Оцінено вплив концентрації етилового спирту, температури та продуктивності зрошення екстрагентом матеріалу на його залишкову олійність, а також на вихід та фракційний склад екстрактивних речовин. Найбільш значущим чинником у досліджених межах виявилась продуктивність зрошення матеріалу. Досягнуто гідромодуля 1:1,7 з використанням зворотної місцели одноразового зрошення. Залишкова олійність шроту становила 0,6...0,9%.

Оценено влияние концентрации этилового спирта, температуры и производительности орошения экстрагентом материала на его масляность, а также на выход и фракционный состав экстрактивных веществ. Установлено, что наиболее влиятельным фактором в исследованных пределах является производительность орошения. Достигнут гидромодуль 1:1,7 с использованием возвратной мисцеллы однократного орошения. Остаточная масляность шрота составила 0,6...0,9%.

The influence of ethyl alcohol concentration, temperature and productivity of sprinkling the material with an extraction agent on its oleaginous condition as well as on the output and fractional makeup of the extractive matters is evaluated in the research. It is determined that productivity of sprinkling is the most influential factor within the investigated limits. Hydromodulus 1:1,7 with the use of refillable miscella of single sprinkling is achieved. Residual oleaginous condition of oilcake equals 0,6...0,9 %.

Постановка проблеми у загальному вигляді. Традиційно в більшості країн світу екстрагування олій проводиться за допомогою нафтових розчинників [1; 2], що дає підстави вважати отриманий харчовий продукт безпечним для здоров'я та життя людини, якщо в ньому розчинник міститься в межах існуючих норм. Американське управління з контролю якості харчових продуктів та ліків (FDA) свідчить [3; 4], що, хоча обґрунтованої федеральної законодавчої бази щодо використання технічного гексану для отримання олій у США не існує, досвід його використання, започаткований ще до 1958 р., дозволяє згідно із чинним законодавством визнати цей факт таким, що відповідає до рівню безпеки generally recognized as safe (GRAS) [5]. Цей момент поєднується, принаймні, ще з двома обставинами: по-

перше, зважаючи на масштаби застосування, технічному гексану поки немає повноцінної заміни і, по-друге, з певним змішуванням понять – «загалом безпечна речовина в харчовому продукті» та «загалом безпечне використання речовини в технології продукту». Останнє є таким за відомими фактами [6], оскільки в кінцевому продукті гексан міститься в межах сотих відсотка. У більших дозах гексан є токсичною, нехарчовою речовиною [7]. Токсичність технічного гексану залежить від його чистоти, способу потрапляння до організму й може сильно варіюватись. Отже, ризик для здоров'я працівників та споживачів залишається.

Сучасні тенденції в харчуванні людини передбачають, зокрема, перехід до споживання продуктів так званого «органічного виробництва» (чи «органічних продуктів»), концепція яких потребує якомога більшого піклування про здоров'я людини й стану навколишнього середовища [8–9]. Органічне сільське господарство та виробництво характеризуються вельми обмеженим і в загальних рисах визначеним колом речовин і процедур, що дозволяється застосовувати в межах цієї концепції. Застосування етилового спирту як розчинника за міжнародними нормами в процесах перероблення продукту органічного сільського господарства дозволяється [10]. На прикладі американського харчового законодавства можна бачити, що екстракцію включено до списку видів обробки органічної сировини зі збереженням маркування продукту обробки як органічного. [11] З офіційних правил, на які спирається Національна органічна програма США NOP [12], зрозуміло, що в загальному випадку дозвіл на використання тієї чи іншої речовини у вигляді характеристики GRAS дають компетентні інстанції (зокрема, FDA) на підставі досліджень заявника та результатів листування з ним.

В одному з таких погоджених з FDA звітах [13] зазначається, що етанол є загальновідомою харчовою речовиною, і людство споживає його протягом тисячоліть; розроблені норми безпечно для здоров'я людини споживання. Тобто питання, чи є схваленим етанол як допоміжна речовина під час виробництва інших харчових продуктів, вирішується, вочевидь, позитивно. Навіть для продуктів, призначених для широкого кола споживачів, і таких, для яких вміст етанолу нехарактерний, він дозволений для використання як консервант у кількості, що не перевищує 0,3% [13].

Заміна технічного гексану на етиловий спирт для виробництва харчових продуктів із насіння олійних культур може бути частиною перспективного шляху вирішення проблем безпеки харчування, проте значною мірою змінює характер технологічного процесу. До чинників,

що визначають ефективність екстрагування технічним гексаном, додається концентрація етилового спирту. У процесі етанольної екстракції виникає можливість застосовувати в технологічному циклі «слабку» (низькоконцентровану) спиртову місцелу. Вплив інших чинників, таких як кількість ступенів екстракції, гідромодуль, час екстракції, також потребує оцінки саме для процесу екстрагування олій етиловим спиртом.

Аналіз останніх досліджень і публікацій. У праці [14] досліджувалася ступінчаста екстракція олії методом зрошування соняшникової макухи, при цьому використовувалася макуха з різною вихідною олійністю та вологістю. Під час досліджень змінювалися гідромодуль та час екстракції. Було досягнуто залишкової олійності 3,1 %. Як екстрагент виступав спирт етиловий ректифікований. Слід зазначити, що, порівнюючи результати чотирьох дослідів із цієї роботи, можна чітко зробити висновки про вплив чинників тільки в одному випадку, який показав, що зменшення вологості сировини позитивно впливає на залишок олії в макусі. Ще одна пара результатів дозволяє зробити висновок, що зменшення продуктивності за розчинником (збільшення часу екстракції) навіть за умов зменшення гідромодулю також приводить до більшого виходу олії.

У праці [15] досліджено вплив пульсації потоку розчинника на вихід соняшникової олії.

Відомо, що етиловий спирт вилучає з насіння соняшнику та продуктів його переробки не тільки компоненти сирової олії, але й ліпіди, що належать до категорії зв'язаних, а також речовини неліпідної природи: фенольні сполуки [16; 17], вуглеводи [18; 19]. Закономірності вилучення цих речовин із макухи соняшнику одночасно з олією на сьогодні не досліджені.

Мета та завдання статті – оцінити вплив на процес екстракції розчинних в етиловому спирті речовин соняшникової макухи таких чинників, як температура процесу, концентрація етанолу, гідромодуль, продуктивність зрошення розчинником, вологість макухи. Параметри відгуку: вміст олії в шроті, вихід екстрактивних речовин, та вміст в них речовин, розчинних у дітиловому ефірі (ДЕФ).

Вклад основного матеріалу дослідження. Крупку соняшникової макухи отримано згідно з [20]. Кількість екстрактивних етанолрозчинних речовин визначалася вичерпною екстракцією на приладі Зайченко. Час екстракції становив 22 години. Олійність крупки була визначена на рівні $15,7 \pm 0,5\%$. Кількість екстрактивних речовин становила $29,1 \pm 1,0\%$.

Екстракція соняшникової макухи проводилася згідно з умовами, наведеними в табл. 1.

Таблиця 1 – Умови дослідів з екстрагування речовин макухи

№ з/п	Екстрагент	Температура, °С	Конц. етанолу, % мас.	Вологість макухи, %	Продуктивність зрошення, мл/хв	Гідромодуль
1	Етиловий спирт	75	99,5	1,0	0,8	1:10
2	Те саме	75	98,0	1,0	0,8	1:10
3	Місцела після зрошування	75	99,5	1,0	0,8	1:10* 1:1,7**
4	Те саме	75	98,0	1,0	0,8	1:10* 1:1,7**
5	»	75	99,5	1,0	2,5	1:10* 1:1,7**
6	»	75	98,0	1,0	2,5	1:10* 1:1,7**
7	»	75	99,5	7,0	0,8	1:10* 1:1,7**
8	»	60	99,5	1,0	0,8	1:10* 1:1,7**
* Відносно місцели.						
** Відносно «свіжого» етилового спирту (без урахування його кількості в місцелі).						

Екстрактор являв собою скляну колонку, обладнану гриною сорочкою, у нижній частині якої на фільтрувальному елементі розміщувався матеріал із вологістю 1%. Зверху його накривали шаром із вати та фільтрувального паперу для рівномірного розподілу розчинника, що зрошував матеріал. Дозатор – крапельниця з градуйованою ємністю. Розчинник по краплях входив до колонки, розподілявся по її стінках і рухався у плівці в напрямі матеріалу, нагріваючись завдяки гарячій воді з термостату, що циркулювала в сорочці. Попередньо матеріал змочувався за допомогою того ж дозувального пристрою. Для екстракції кожного зразка масою 8 г

брали об'єм розчинника 100 мл, що для дослідів №1 та №2 розподілявся на 6 порцій (перші дві по 10 мл, далі – чотири по 20 мл). У дослідях №3–8 зрошування наважки проводилося п'ятьма порціями місцели та однією порцією чистого розчинника по 16,5 мл кожна. Місцелу отримували ступінчастим зрошуванням свіжого матеріалу такими самими порціями (по 16,5 мл). Після екстракції кожна порція місцели розділялася випаровуванням розчинника на водяній бані. Залишок висушувався до постійної маси у вакуумній шафі за температури 80° С. Сухий залишок було розділено на дві фракції: розчинну та нерозчинну в діетиловому ефірі (ДЕФ). Похибка визначення залишкової олійності шроту $\pm 0,15\%$. Похибка визначення виходу екстрактивних речовин і балансу їх розділення на розчинні й нерозчинні в ДЕФ речовини становить $\pm 1,5\%$.

У табл. 2 вихід екстрактивних речовин наведено відносно їхньої кількості в матеріалі, що визначено вичерпною екстракцією, вміст фракції речовин, розчинних у ДЕФ, – відносно кількості екстрактивних речовин, отриманих на кожному етапі.

Таблиця 2 – Порівняння результатів екстрагування соняшникової макухи етиловим спиртом

№ досліду	1	2	3	4	5	6	7	8
Олійність шроту, %	0,7	0,7	0,8	0,6	1,3	1,4	0,7	0,9
Вихід екстрактивних речовин, %	82,1	81,0	72,8	71,7	69,5	65,5	74,5	65,0
Фракція, розчинна у ДЕФ, %	67,0	67,1	71,7	73,2	75,0	76,2	69,3	76,5

Висновки. Результати дослідів №1–4 та №7, 8 демонструють рівень олійності шротів у двічі менший, ніж у дослідях №5 та №6, що відрізнялися відносно великою продуктивністю зрошення матеріалу екстрагентом. Зміна концентрації етилового спирту в межах 98,0...99,5 % не приводить до помітної різниці результатів щодо залишкової олійності, виходу екстрактивних речовин та їхнього фракційного складу (пари дослідів №1, 2 та №3, 4). Застосування місцели одноразового зрошення як екстрагента на початковій та проміжних стадіях зберігає залишкову олійність шроту на рівні

0,7 ± 0,1%, проте зменшує вихід екстрактивних речовин із рівня 81...82% до 65...73% за рахунок фракції, нерозчинної у ДЕФ. Дослід №7 близький за результатом до дослідів №3 (відрізняються лише концентрацією застосованого спирту). Зниження температури на 15 °C (дослід №8) приводить до несуттєвого зростання олійності шроту та до найменшого в серії виходу речовин, нерозчинних у ДЕФ (65%).

Список літератури

1. Акаева Т. К. Основы химии и технологии получения и переработки жиров. Ч. 1. Технология получения растительных масел : учеб. пособие / Т. К. Акаева, С. Н. Петрова. – Иваново : Гос. хим. технол. ун-т, 2007. – 124 с.
2. Осейко М. І. Технологія рослинних олій / М. І. Осейко. – К. : Варта, 2006. – 280 с.
3. GRAS Notice for Stearidonic (SDA) Omega-3 Soybean Oil [Електронний ресурс] / United States food and drug administration, Monsanto company. – College Park : FDA, 2009. – № 283. – Режим доступу : <http://www.accessdata.fda.gov/scripts/fcn/gras_notices/grn000283.pdf>.
4. GRAS Notice for Low Saturated High Oleic Low Linolenic Soybean Oil (LSHOLLSO) [Електронний ресурс] / United States food and drug administration, Monsanto company. – College Park : FDA, 2009. – № 306. – Режим доступу : <http://www.accessdata.fda.gov/scripts/fcn/gras_notices/grn000306.pdf>.
5. Generally recognized as safe (GRAS) [Електронний ресурс] / United States food and drug administration. – Режим доступу : <<http://www.fda.gov/Food/IngredientsPackagingLabeling/GRAS/>>.
6. Toxicological Profile for n-Hexane [Електронний ресурс] / Agency for Toxic Substances and Disease Registry. – Текст і графічні дані. – Atlanta : ATSDR, 2009. – Режим доступу : <<http://www.atsdr.cdc.gov/ToxProfiles/tp.asp?id=393&tid=68>>.
7. Гексан [Електронний ресурс]. – Режим доступу : <<http://chemister.ru/Database/properties.php?id=653>>.
8. Organic food [Електронний ресурс] : [Wikipedia, the free encyclopedia]. – Режим доступу : <http://en.wikipedia.org/wiki/Organic_food>.
9. Оліфіров О. В. Використання сучасних інформаційних технологій у наукових дослідженнях органічних харчових продуктів / О. В. Оліфіров, Т. О. Шевчук, Г. М. Романенко // Современные проблемы и пути их решения в науке, транспорте, производстве и образовании 2013 : междунар. науч.-практ. конф. материалы – Одесса, 2012. – Вып. 2, т. 9. – С. 57–60.
10. Organic-Food Guidelines for the Production, Processing, Labelling and Marketing of Organically Produced Foods [Електронний ресурс] : Processing aids which may be used for the preparation of products of agricultural origin Codex-Alimentarius – Режим доступу : <<http://www.organic-standards.info/index.php/en/attachments/Table4,20/send>>.
11. Organic handling requirements [Електронний ресурс] : National organic program / U.S. Department of Agriculture. – Режим доступу : <<http://www.law.cornell.edu/cfr/text/7/205.270>>.

12. The National List of Allowed and Prohibited Substances [Электронный ресурс] : National organic program / U.S. Department of Agriculture . – Режим доступа : <<http://www.ecfr.gov/cgi-bin/text-idx?c=ecfr&SID=9874504b6f1025eb0e6b67cadf9d3b40&rgn=div6&view=text&node=7:3.1.1.9.32.7&idno=7>>.

13. GRAS Notification for Ethanol [Электронный ресурс] / United States food and drug administration, Frito Lay, Inc. – Washington : FDA, 2004. – № 151. – Режим доступа : <http://www.accessdata.fda.gov/scripts/fcn/gras_notices/grn0151.pdf>.

14. Захаренко А. Ю. Экспериментальные исследования экстрагирования подсолнечного жмыха с использованием этанола / А. Ю. Захаренко, В. В. Гирман, П. Ф. Петик // Масложировой комплекс. – 2009. – № 1 (24). – С. 41–45.

15. Ethanol extraction of sunflower oil in a pulsing extractor / J. Sineiro [et al.] // Journal of the american oil chemists society. – 1998. – № 75 (6). – P. 753–754.

16. Ethanol extraction of polyphenols in an immersion extractor. Effect of pulsing flow / J. Sineiro [et al.] // Journal of the american oil chemists society. – 1996. – № 73 (9). – P. 1121–1125.

17. Обоснование получения хлорогеновой кислоты из подсолнечного шрота / И. Е. Шаповалова, [и др.] // Восточно-Европейский журнал передовых технологий. – 2013. – № 3/6 (63). – С. 39–41.

18. Бурлакова Л. В. Углеводный состав жмыхов масличных культур / Л. В. Бурлакова, А. П. Юн, Д. В. Бабкин // Масличные культуры. Научно-технический бюллетень Всероссийского научно-исследовательского института масличных культур. – 2006. – № 2 (135). – С. 151–152.

19. Mohammad A. Sabir. Sunflower Carbohydrates / Mohammad A. Sabir, Frank W. Sosulski, Neil W. Hamon // Journal of agricultural and food chemistry. – 1975. – № 1. – P. 16–19.

20. Матюхов Д. В. Влияние природы растворителя на процесс экстракции жмыхов подсолнечника [Электронный ресурс] / Матюхов Д. В. // Научные исследования и их практическое применение. Современное состояние и пути развития, 2013: междунар. науч.-практ. конф: материалы. – Режим доступа : <<http://www.sworld.com.ua/konfer32/276.pdf>>.

Отримано 01.11.2013. ХДУХТ, Харків.

© Д.В. Матюхов, Ф.Ф. Гладкий, 2013.