

10. Cakmak, I. Enrichment of Cereal Grains with Zinc: Agronomic or Genetic Biofortification [Text] / I. Cakmak // Plant Soil. – 2008. – Vol. 302. – P. 1–17.
11. Philip, J. White1 Broadley Biofortification of crops with seven mineral elements often lacking in human diets – iron, zinc, copper, calcium, magnesium, selenium and iodine [Text] / J. Philip, White1, Martin R. Broadley // New Phytologist. – 2009. – P. 49–84.
12. Козак, В. В. Принципи екологічно безпечно земледілля [Текст] / В. В. Козак. – К. : МЭФ «AQUA-VITAE», 2009. – 38 с.
13. Дейниченко, Г. В. Використання традиції біофортифікації для регулювання хімічного складу томатних овочів [Текст] / Г. В. Дейниченко, О. П. Юдічева // Харчова наука і технологія. – 2012. – № 2 (19). – С. 42–45.
14. Жук, В. А. Сенсорний аналіз: Навчальний посібник для студентів вищих навчальних закладів [Текст] / В. А. Жук. – К. : «Укоопосвіта», 1999. – 231 с.
15. Barylko-Pikielna, N. Zarys analizy sensorycznej [Text] / N. Barylko-Pikielna, T. Golembiowski. – Krakow: WSE, 1966. – P. 98–213.
16. Barvil, J. Metody sensorycznej analizy ve vyzkumu, vyvoji a praxi [Text] / J. Barvil, J. Pokorny // Prum. Potravin. – 1980. – Vol. 31, № 11. – P. 659–661.

Представлено нові можливості перероблення ефірних олій з отриманням «вузьких» фракцій та індивідуальних ароматичних речовин, що передбачає послідовне здійснення таких операцій: вакуумна ректифікація, препаративне виділення і газохроматографічний контроль чистоти отриманих продуктів. Виділені «вузькі» фракції й індивідуальні ароматичні речовини є натуральними ароматизаторами і пропонуються для ароматизації харчових продуктів

Ключові слова: ефірні олії, ароматична речовина, «вузька» фракція, вакуумна ректифікація, препаративне виділення, натуральні ароматизатори

Представлены новые возможности переработки эфирных масел с получением «узких» фракций и индивидуальных ароматических веществ, что предусматривает последовательное осуществление следующих операций: вакуумная ректификация, препаративное выделение и газохроматографический контроль чистоты полученных продуктов. Выделенные «узкие» фракции и индивидуальные ароматические вещества являются натуральными ароматизаторами и предлагаются для ароматизации пищевых продуктов

Ключевые слова: эфирные масла, ароматическое вещество, «узкая» фракция, вакуумная ректификация, препаративное выделение, натуральные ароматизаторы

УДК 613.9:664.5

НОВІ МОЖЛИВОСТІ ПЕРЕРОБЛЕННЯ ЕФІРНИХ ОЛІЙ ДЛЯ АРОМАТИЗАЦІЇ ХАРЧОВИХ ПРОДУКТІВ

Н. Е. Фролова

Кандидат технічних наук, доцент
Кафедра технології оздоровчих продуктів*
E-mail: nef1956@mail.ru

О. М. Усатюк

Асистент
Кафедра технології харчування та
ресторанного бізнесу*
E-mail: lленаusatiuk@gmail.com

*Національний університет
харчових технологій
вул. Володимирська, 68,
м. Київ, Україна, 01601

1. Вступ

Аромат є невід'ємною складовою якості харчового продукту, оскільки пов'язаний не лише з естетичним задоволенням, а й з виконанням величезної фізіологічної ролі, позитивно впливаючи на життєдіяльність організму. Аромат харчового продукту характеризується значною нестабільністю, зміною під час технологічного оброблення, а також під час зберігання. Це зумовлює необхідність внесення ароматизаторів. Особливий попит на ароматизатори викликаний розвитком сучасних технологій харчових продуктів на основі глибокого перероблення сировини [1, 2].

Виробники харчових продуктів, щоб привернути увагу споживачів до свого бренду, роблять акцент на натуральності інгредієнтів, у тому числі і ароматиза-

торів. Натуральними ароматизаторами для харчової промисловості є ефірні олії (ЕО), детерпенізовані ЕО та їхні окремі фракції [3, 4].

Останніми роками ЕО здебільшого переробляють на різні ароматичні продукти для розширення можливостей їх використання в різних галузях промисловості. Задля ефективного використання продуктів перероблення ЕО бажано мати їх достовірні базисні характеристики. Встановлення фізико-хімічних та органолептичних характеристик продуктів перероблення, особливо індивідуальних АР, неможливе без отримання їх у чистому вигляді.

Запропоновані рішення дозволяють отримувати індивідуальні АР ЕО високого ступеню чистоти, проводити їх сенсорний аналіз, встановлювати фізико-хімічні характеристики, визначати фізіологічну дію

на організм людини. Результати досліджень відкривають нові можливості використання цінних компонентів дорогої природної сировини у парфумерно-косметичній, фармацевтичній, харчовій промисловості, які за існуючими технологіями використовуються не в повній мірі.

2. Аналіз літературних даних і постановка проблеми

У списку натуральних АР різних країн, дозволених органами охорони здоров'я до використання з харчовою метою, є речовини, які отримують з різних природних джерел сучасними фізичними та біохімічними методами: ректифікація, суперкритична екстракція, високоефективна рідинна хроматографія, адсорбційна хроматографія тощо [5, 6].

В Україні ЕО найчастіше не переробляють, а використовують у нативному вигляді. Вони є основою для одержання парфумерно-косметичних виробів. В Європі й Америці ЕО у «сирому» вигляді практично не використовують. Їх піддають різним способам технологічного оброблення з метою розширення асортименту натуральних джерел аромату та для інших практичних цілей [7, 8].

Аналіз сучасного стану перероблення ЕО дозволив згрупувати методи виділення і концентрування окремих АР та фракцій [5, 9, 10]:

1) виділення з водяною парою під вакуумом з фракційною конденсацією за температур нижче 0 °С;

2) відгонка зі спиртом під вакуумом з фракційною конденсацією за різних температур, у тому числі нижче 0 °С;

3) відгонка з інертним газом та концентрування газу, який сконденсується. Відгонка з конденсованим газом частини компонентів;

4) екстракція окремих АР зрідженим газом з наступним випаровуванням окремих фракцій та цілеспрямованим об'єднанням екстрактів;

5) відгонка з газом бродіння і фракціонована конденсація за температур нижче 0 °С;

6) послідовна екстракція рідким парафіном і відгонка спиртом;

7) екстракція і відгонка з висококиплячою рідиною з наступним запланованим виділенням окремих АР або фракцій;

8) екстракція зрідженими газами (СО₂, хладони). Регулювання умов дозволяє фракціонованим випаровуванням газу проводити селективне вилучення-концентрування.

Перспективною є технологія перероблення ЕО вакуумною ректифікацією, що дозволяє отримувати окремі ароматичні фракції, які можуть бути використані як самостійні ароматизатори або як складові у технологіях ароматизаторів. Нові можливості у переробленні ЕО полягають не тільки у виділенні окремих фракцій, а й індивідуальних АР. Це дозволить розширити асортимент натуральних ароматизаторів.

3. Мета і задачі дослідження

Метою наукових досліджень було розроблення нового підходу до перероблення ЕО на «вузькі»

фракції та індивідуальні АР з метою використання їх для ароматизації харчових продуктів. Об'єкт дослідження – спосіб перероблення ЕО, який включає такі операції: вакуумна ректифікація, препаративне виділення і газохроматографічний контроль отриманих продуктів. Предмет дослідження – ЕО мкмину та кропу, їхні «вузькі» фракції та індивідуальні АР.

Для реалізації поставленої мети необхідно вирішити такі завдання:

– встановити параметри вакуумної ректифікації з метою концентрування АР у «вузьких» фракціях;

– встановити параметри препаративного розділення «вузьких» фракцій та виділення індивідуальних АР;

– розробити аналітичну газохроматографічну методику контролю чистоти АР, виділених з «вузьких» фракцій ЕО;

– встановити ступінь чистоти індивідуальних АР, виділених з ЕО;

– систематизувати отриману інформацію з розробленням рекомендацій щодо використання АР та «вузьких» фракцій ЕО у наукових та практичних цілях.

4. Розділення ефірних олій на «вузькі» фракції вакуумною ректифікацією

ЕО кропу, враховуючи дані компонентного складу, розглянуто як суму таких бінарних систем: « α -пінен – α -фелландрен», «лімонен – β -фелландрен», «ліналоол – ліналілацетат», «дигідрокарвон – карвон».

Теоретично розраховані параметри вакуумної ректифікації ЕО кропу представлено в табл. 1.

Таблиця 1

Параметри вакуумної ректифікації ЕО кропу

Бінарні системи	Температурні інтервали перегонки, °С	Тиск, кПа	n	V _{роб}
α -пінен – α -фелландрен	67,1–69,2	2,64	2,8	4,5:1
лімонен – β -фелландрен	114,7–121,1	2,64	3,7	5,7:1
ліналоол – ліналілацетат	150,7–155,3	1,32	7,0	7,0:1
дигідрокарвон – карвон	170,9–177,7	0,92	7,1	6,2:1

ЕО мкмину розглядали як суму таких бінарних систем: « α -туїєн – лімонен», «ліналоол – цисепоксилімонен», « α -терпінеол – цис-карвеол», «карвон – каріофілен».

Встановлені теоретичні параметри вакуумної ректифікації ЕО мкмину представлено в табл. 2.

Таблиця 2

Параметри вакуумної ректифікації ЕО мкмину

Бінарні системи	Температурні інтервали перегонки, °С	Тиск, кПа	n	V _{роб}
α -туїєн – лімонен	114,7–121,1	2,64	2,9	5,3:1
ліналоол – цисепоксилімонен	150,7–155,3	0,92	3,1	5,1:1
α -терпінеол – цискарвеол	161,4...167,8	0,92	6,0	6,8:1
карвон – каріофілен	172,4–176,5	0,92	7,4	6,3:1

Вакуумна ректифікація ЕО кропу й млину відбувалася на УАУВФ (удосконаленій автоматизованій установці вакуумного фракціонування). За теоретично розрахованими параметрами вакуумної ректифікації їхніх бінарних систем здійснювали по 4 перегонки. Кожного разу отримували по 3 фракції й кубовий залишок з середнім сумарним відсотковим вмістом 96,5 % від маси вихідної сировини. Втрати за рахунок неповного вловлювання низькокиплячих компонентів становили до 3,5 %.

Проведені дослідження дозволили скорегувати теоретично розраховані параметри вакуумної ректифікації і визначити параметри робочих режимів концентрування АР ЕО кропу й млину.

Робочі режими концентрування АР ЕО кропу й млину представлено у табл. 3, 4.

Таблиця 3

Робочі режими вакуумної ректифікації ЕО кропу

Етапи фракціонування	Температура, °С		Тиск, кПа	Флегмове число	Масова частка, %
	кубу	пари			
Прогрівання колонки	50–65	14–15	2,64	∞	–
Фракція 1	67–69	15–16	2,64	5:1	4,32
Фракція 2	115–121	62–69	2,64	6:1	30,34
Фракція 3	150–155	82–87	1,32	7:1	6,73
Кубовий залишок	-	-	0,92	-	55,11
Втрати	-	-	-	-	3,50

Таблиця 4

Робочі режими вакуумної ректифікації ЕО млину

Етапи фракціонування	Температура, °С		Тиск, кПа	Флегмове число	Масова частка, %
	кубу	пари			
Прогрівання колонки	50–65	14–15	2,64	∞	–
Фракція 1	115...121	62–69	0,92	5:1	5,77
Фракція 2	161...168	82–87	0,92	5:1	36,44
Фракція 3	172...177	91...95	0,92	7:1	7,03
Кубовий залишок	-	-	0,92	-	47,26
Втрати	-	-	-	-	3,50

Якісний та кількісний склад «вузьких» фракцій ЕО кропу й млину визначено газохроматографічним методом. Встановлено, що фракції ЕО кропу збагачені АР:

– перша фракція – α-піненом (52,1 %), α-фелландреном (39,2 %), лімоненом (7,1 %), цінеолом (1,6 %);

– друга фракція – α-піненом (0,24 %), α-фелландреном (0,44 %), лімоненом (69,47 %), цінеолом (17,36 %); β-фелландреном (6,2 %);

– третя фракція – цінеолом (3,63 %), β-фелландреном (5,43 %), ліналоолом (78,62 %), ліналілацетатом (11,32 %), дигідрокарвоном (6,43 %);

– четверта фракція (кубовий залишок) – ліналоолом (2,40 %), ліналілацетатом (3,68 %), дигідрокарвоном (1,22 %), карвоном (92,7 %).

Фракції ЕО млину збагачені такими компонентами:

– перша фракція – α-туйеном (5,32 %), сабіненом (10,53 %), β-мірценом (53,72 %), р-цименом (13,4 %), лімоненом (39,71 %);

– друга фракція – лімоненом (82,88 %); ліналоолом (3,81 %), цитра лем (5,85 %), цисепоксилімоненом (7,46 %);

– третя фракція – трансепоксилімоненом (9,68 %), α-терпінеолом (70,16 %), дигідрокарвоном (11,48 %), цискарвеолом (8,68 %);

– четверта фракція (кубовий залишок) – карвоном (88,68 %), каріофіленом (11,32 %).

Сформовано теоретичні положення розділення ЕО кропу і млину на «вузькі» фракції вакуумною ректифікацією. Використано метод ключових компонентів для комплексного встановлення оптимальних параметрів вакуумної ректифікації ЕО. Одержані «вузькі» фракції ЕО концентрованого аромату ключового компоненту.

5. Препаративне виділення індивідуальних АР з «вузьких» фракцій

Класична препаративна хроматографія призначена для виділення хімічно чистих речовин з багатокомпонентної суміші. Порівняно з іншими методами розділення, такими як дистиляція, екстракція, кристалізація, препаративна газова хроматографія має ряд переваг: універсальність застосування, високу селективність та ефективність розділення внаслідок великої поверхні масообміну, можливість виділення одного або декількох компонентів під час одного циклу розділення складної багатокомпонентної суміші з досягненням високого ступеню збагачення.

Основною умовою максимального розділення суміші є достатня ефективність хроматографічної колонки. Це обумовило пошук рішень щодо виготовлення препаративної колонки з високим числом теоретичних тарілок. Для досліджень обрано колонку діаметром 1,0 см та довжиною 5 м.

Аналітичними та експериментальними дослідженнями обрано хромосорб типу А як твердий носій (ТН). Досліджено ефективність колонки, заповненої ТН з розміром часток від 0,56 до 3,0 мм та розділеної на три секції: перша секція – 2,0...3,0 мм; друга секція – 1,0...2,0 мм; третя секція – 0,56...1,0 мм. Перевагою такого підходу є те, що перша секція, яка знаходиться на початку колонки, має найбільший розмір зерен та сприяє зниженню опору потоку на вході. Третя секція з найменшим розміром зерен є основною та забезпечує необхідну ефективність розділення фракцій.

Теоретичний розгляд характеристик нерухомих фаз (НФ) різних класів та проведені аналітичні дослідження дозволи обрати для препаративного виділення ароматичних речовин НФ ПЕГ-6000, яка характеризується високою стійкістю до окислення і дії високих температур.

Для збільшення числа теоретичних тарілок використано та досліджено ефективність градієнтного нанесення НФ на ТН за довжиною колонки. Встановлено, що ефективнішим є зменшення концентрації НФ за висотою колонки, починаючи з місця введення проби. Максимальна ефективність колонки забезпечується нанесенням на першу секцію ТН максимально

можливої кількості НФ (25 % від маси ТН). Це допомагає уникнути перевантаження колонки і збільшує її ємність з можливістю введення проби більшого об'єму. Високий вміст НФ на початковій ділянці колонки повністю розчиняє введену пробу, за рахунок чого встановлюється рівновага концентрацій рідини і пари (друга секція – 20 % від маси ТН). Третя секція ТН, масова частина якої найбільша, розділена на дві – третю і четверту – для забезпечення поступового зменшення кількості НФ (17 % від маси ТН). На четверту секцію ТН, в кінці колонки, нанесено мінімальну концентрацію НФ – 15 %.

Градентність нанесення НФ на ТН забезпечує високу роздільну здатність препаративної колонки і скорочення тривалості розділення.

Визначені експериментально умови препаративного розділення «вузьких» фракцій та виділення АР представлено у табл. 5.

Таблиця 5

Умови препаративного розділення ЕО та виділення АР

Показник		Значення
Швидкість потоку газу-носія, см ³ /хв		85...90
Температура, °С	випарника	180...250
	термостата колонки	150...190
	збірника фракцій	180...250
	сосуду Дьюара	-50...-20
	детектора	250

У табл. 6, 7 представлено систематизовані результати препаративного виділення АР з «вузьких» фракцій ЕО кмину та кропу. Визначено повноту збору фракцій ЕО кмину й кропу, тобто максимальний відсоток «вловлювання» системи за розробленими режимами. Значення розраховувалися як відношення загальної кількості вловлених фракцій до введеної кількості зразка ЕО. В середньому за розрахунками повнота збору компонентів для всіх серій дослідів становила 82,5...89,0 %. Розраховані значення свідчать про високу ефективність препаративного розділення.

Проведена ідентифікація «вузьких» фракцій та АР досліджуваних ЕО, що представлено у табл. 8.

Таблиця 6

Результати препаративного виділення АР з «вузьких» фракцій ЕО кмину

Вузькі фракції	Фракції ПВ	Інтервал часу виходу, хв	Кількість фракції, мл	Характеристика аромату
Перша	1	0...12,9	0,06	Хвої з трав'яними тонами
	2	13,2...14,8	0,12	Різкий трав'яний аромат
	3	16,8...20	0,26	Насичений трав'яний аромат з цитрусовими тонами
	4	24,8...27	0,14	Насичений лимонний аромат з трав'янистими тонами
Друга	1	24,8...31	0,38	Насичений лимонний аромат з трав'янистими тонами
	2	32,5...58,7	0,11	Квітковий аромат із тоном польових квітів
	3	36...41,4	0,1	Насичений терпко-пряний аромат із тоном кмину
Третя	1	42,2...45,6	0,1	Насичений терпко-пряний аромат із тоном камфори
	2	49,7...52,2	0,35	Насичений трав'яний аромат з пряними й кминними тонами
	3	54,9...62,3	0,14	Кминний аромат з терпко-пряними тонами
Четверта	1	64,8...75,4	0,45	Насичений аромат зрілого насіння кмину
	2	76,1...78,9	0,13	Різкий камфорний аромат з кминними тонами

Таблиця 7

Результати препаративного виділення АР з «вузьких» фракцій ЕО кропу

Вузькі фракції	Фракції ПВ	Інтервал часу виходу, хв	Кількість фракції, мл	Характеристика аромату
Перша	1	0...8,8	0,25	Насичений хвойний аромат
	2	15,3...16,4	0,22	Різкий трав'яний аромат з хвойними тонами
	3	24,8...29	0,11	Насичений лимонний аромат з хвойними тонами
Друга	1	24,8...27	0,37	Насичений лимонний аромат з трав'янистими й хвойними тонами
	2	28,0...29,1	0,13	Різкий терпкий аромат
	3	29,8...31,4	0,09	Насичений пряний аромат із тоном польових квітів
Третя	1	28,0...31,2	0,13	Насичений пряний аромат з терпкими тонами й тонами польових квітів
	2	32,5...48,7	0,39	Квітковий аромат з тонами конвалії
	3	49,7...52,2	0,09	Квітковий аромат з тонами свіжого кропу
Четверта	1	54,9...62,3	0,08	Аромат кропу з квітковими тонами
	2	64,8...75,47	0,51	Насичений аромат свіжого кропу

Таблиця 8

Компонентний склад «вузьких» фракцій ЕО кмину й кропу вакуумної ректифікації (ВР) та препаративного виділення (ПВ)

Фракції ВР	Ідентифіковані компоненти	Масова частка, %	Фракції ПВ	Ідентифіковані компоненти	Масова частка, %
1	2	3	4	5	6
К М И Н					
Перша	α-гуйєн	5,32	Перша	α-гуйєн	22,47
	сабієн	10,53		сабієн	75,53
	β-мірцен	53,72	Друга	β-мірцен	100
	р-цимен	13,4	Третя	р-цимен	100
Друга	лімонен	39,71	Четвета	лімонен	100
	лімонен	82,88		лімонен	100
	ліналоол	3,81	Друга	ліналоол	43,71
	цитраль	5,85		цитраль	56,29
Третя	цисепоксилімонен	7,46	Третя	цисепоксилімонен	100
	трансепоксилімонен	9,68	Перша	трансепоксилімонен	100
	α-терпінеол	70,16	Друга	α-терпінеол	100
	дигідрокарвон	11,48	Третя	дигідрокарвон	52,28
цискарвеол	8,68	цискарвеол		47,72	
Четверта	карвон	88,68	Перша	карвон	100
	каріофілен	11,32	Друга	каріофілен	100
К Р І П					
Перша	α-пінен	52,1	Перша	α-пінен	100
	α-фелландрен	39,2	Друга	α-фелландрен	100
	лімонен	7,1	Третя	лімонен	81,6
	цінеол	1,6		цінеол	18,4
Друга	α-пінен	0,24	Перша	α-пінен	0,34
	α-фелландрен	0,44		α-фелландрен	0,63
	лімонен	69,47		лімонен	99,03
	цінеол	17,36	Друга	цінеол	100
	β-фелландрен	6,2	Третя	β-фелландрен	100
Третя	цінеол	3,63	Перша	цінеол	40,06
	β-фелландрен	5,43		β-фелландрен	59,93
Четверта	ліналоол	78,62	Друга	ліналоол	100
	ліналілацетат	11,32	Третя	ліналілацетат	63,77
	дигідрокарвон	6,43		дигідрокарвон	36,22
Четверта	ліналоол	12,40	Перша	ліналоол	32,87
	ліналілацетат	3,68		ліналілацетат	50,41
	дигідрокарвон	1,22		дигідрокарвон	16,72
	карвон	92,7	Друга	карвон	100

6. Розроблення газохроматографічної методики контролю чистоти АР

Чистота АР, як складових натуральних ароматизаторів для харчової промисловості, є детермінуючим фактором їхньої якості та безпечності для споживачів. З законодавчої точки зору АР, що не відповідають критеріям чистоти, заборонені до використання. Важливим практичним завданням було встановлення придатності АР ЕО за критерієм чистоти для розроблення нових харчових ароматизаторів.

Розроблена методика контролю чистоти АР відрізняється від існуючих використанням газо-твердофазного варіанту хроматографії на насадковій колонці з поверхнево-шаровим сорбентом. Як модельні зразки було використано (+)-карвон і (-)-карвон, оптично активні ізомери, отримані нами з ЕО кропу і м'яти кучерявої відповідно – та їх рацемічну суміш (співвідношення 50:50).

Умови хроматографування:

- тип детектора – полуменевіо-іонізаційний;
- колонка довжиною 5 м з внутрішнім діаметром 3 мм;
- твердий носій (ТН) – хромосорб W, 80–100 меш;
- нерухома фаза – D-манніт концентрацією 10 %;
- газ-носії – азот;
- початкова температура колонки – 90 °С;
- температура інжектора – 150 °С;
- температура детектора – 200 °С;
- витрати газу-носія – 33 см³/хв;
- витрати водню – 33 см³/хв;
- витрати повітря – 330 см³/хв;
- об'єм проби – 0,2 мкл.

Розроблена газо-твердофазна методика, з використанням поверхнево-шарового сорбенту – D-манніту дозволила оперативно (тривалість хроматографічного аналізу скоротилася у 3...15 разів залежно від хімічної природи досліджуваного зразку), здійснити контроль чистоти виділених індивідуальних компонентів. У табл. 9 представлено результати дослідження АР ЕО кропу та кмину.

Таблиця 9

Чистота АР ЕО кропу та кмину

№	Компоненти	Ступінь чистоти, %	№	Компоненти	Ступінь чистоти, %
ЕО кмину			ЕО кропу		
1	лімонен	96,3	1	α-пінен	95,2
2	α-терпінеол	95,3	2	α-фелландрен	95,7
3	карвон	99,2	3	β-фелландрен	98,5
4	α-гуйєн	22,47	4	ліналоол	78,9
5	сабієн	75,53	5	карвон	99,6
6	цитраль	56,29	6	цінеол	18,4
7	цискарвеол	47,72	7	β-фелландрен	59,93
8	дигідрокарвон	52,28	8	ліналілацетат	63,7

Компоненти, що входили до вузьких фракцій досліджуваних ЕО у незначних кількостях, були одержані лише в концентрованому вигляді: α-гуйєн (22,47 %), сабієн (75,53 %), цитраль (56,29 %), дигідро-

карвон (52,28 %), дискарвеол (47,72 %), (81,6 %), цинеол (18,4 %), α -пінен (0,34 %), α -фелландрен (0,63 %), β -фелландрен (59,93 %), ліналілацетат (63,7 %). Для збільшення чистоти складу означених компонентів запропоновано повторне препаративне виділення та концентрування АК ЕО з їх вузьких фракцій, або безпосередньо з ЕО.

7. Висновки

Запропоновано новий підхід до раціонального перероблення ефірних олій, який поєднує три послідовних стадій: вакуумну ректифікацію, препаративне виділення та газохроматографічний контроль чистоти виділених речовин. Отримані ароматичні продукти, а саме індивідуальні компоненти ефірних олій і «вузькі» фракції вакуумної ректифікації, відносяться до натуральних ароматизаторів, які на сьогоднішній день дефіцитні на вітчизняному ринку і можуть використовуватися як самостійні ароматизатори, або як ароматоформуєчі складові в технологіях ароматизаторів.

Серед промислових ефірних олій України для досліджень було обрано ефірні олії кропу й кмину.

З обраних ефірних олій ректифікацією на колонках з середнім і малим вакуумом виділено «вузькі» фракції ефірних олій з високою концентрацією ароматичних компонентів. Проведено розрахунки основних характеристик, конструкції та розмірів автоматизованої установки вакуумної ректифікації. На основі встановлених закономірностей визначено оптимальні параметри вакуумної ректифікації ЕО кропу: перша фракція – тиск 2,64 кПа, температура 67,1–69,2 °С, число ступенів розділення 2,8, флегмове число 4,5; друга фракція – тиск 2,64 кПа, температура 114,7–121,1 °С, число ступенів розділення 3,7, флегмове число 5,7; третя фракція – тиск 1,32 кПа, температура 150,7–155,3 °С, число ступенів розділення 7,0, флегмове число 7,0; четверта фракція – тиск 0,92 кПа, температура 170,9–177,7 °С, число ступенів розділення 7,1, флегмове число 6,2. Визначено параметри вакуумної ректифікації

ЕО кмину: перша фракція – тиск 2,64 кПа, температура 114,7–121,1 °С, число ступенів розділення 2,9, флегмове число 5,3; друга фракція – тиск 0,92 кПа, температура 150,7–155,3 °С, число ступенів розділення 3,1, флегмове число 5,1; третя фракція – тиск 0,92 кПа, температура 161,4–167,8 °С, число ступенів розділення 6,0, флегмове число 6,8; четверта фракція – тиск 0,92 кПа, температура 172,4–176,5 °С, число ступенів розділення 7,4, флегмове число 6,3.

Встановлено параметри препаративного розділення «вузьких» фракцій та виділення індивідуальних ароматичних речовин: швидкість потоку газу-носія, $\text{см}^3/\text{хв}$ – 85...90; температура, °С: випарника – 180...250, термостата колонки – 150...190, збірника фракцій – 180...250; сосуду Дьюара – –50...–20; детектора – 250. Розроблено високоефективну препаративну колонку, новизною якої є поступова зміна розміру часток твердого носія та кількості нерухомої фази за довжиною колонки.

Розроблена газо-твердофазна методика контролю чистоти ароматичних речовин: тип детектора – полуменево-іонізаційний; колонка довжиною 5 м з внутрішнім діаметром 3 мм; твердий носій (ТН) – хромосорб W, 80–100 меш; нерухома фаза – D-манніт концентрацією 10 %; газ-носії – азот; початкова температура колонки – 90 °С; температура інжектора – 150 °С; температура детектора – 200 °С; витрати газу-носія – 33 $\text{см}^3/\text{хв}$; витрати водню – 33 $\text{см}^3/\text{хв}$; витрати повітря – 330 $\text{см}^3/\text{хв}$; об'єм проби – 0,2 мкл.

З ефірних олій кропу та кмину виділено ароматичні речовини високого ступеню чистоти (понад 95 %): лімонен, α -терпінеол, α -пінен, α -фелландрен, β -фелландрен, карвон.

Нові можливості у переробленні ЕО дозволять розширити асортимент натуральних ароматизаторів високого рівня якості. Отримання нових джерел натурального аромату сприятиме розвитку харчових технологій та розширенню асортименту високоякісної ароматизованої продукції в харчовій, парфумерно-косметичній, фармацевтичній та інших галузях промисловості. Крім того, виділені компоненти пропонуються як стандарти для якісного та кількісного аналізу ефірних олій.

Література

- Смирнов, Е. В. Ароматизаторы: история и современность [Текст] / Е. В. Смирнов // Пищевая промышленность. – 2011. – № 5. – С. 60–63.
- Смирнов, Е. В. Пищевые ароматизаторы. Справочник [Текст] / Е. В. Смирнов. – СПб.: Издательство «Профессия», 2008. – 736 с.
- Ткаченко, К. Г. Эфирномасличные растения и эфирные масла: достижения и перспективы, современные тенденции изучения и применения [Текст] / К. Г. Ткаченко // Вестник удмуртского университета. – 2011. – № 1. – С. 88–100.
- Фролова, Н. Е. Переробка ефірних олій для отримання натуральних харчових ароматизаторів [Текст] / Н. Е. Фролова, А. І. Українець // Наука та інновації. – 2010. – Т. 6, № 2. – С. 36–40.
- Ткачев, А. В. Исследование летучих веществ растений [Текст] / А. В. Ткачев. – Новосибирск: Издательский дом «Офсет», 2008. – 969 с.
- Maurice, C. R. Fransen. Biocatalytic production of flavors and fragrances [Text] / C. R. Maurice // Pure Appl. Chem. – 2005. – № 1. – P. 273–279.
- Panda, H. Perfumes and Flavours Technology Handbook [Text] / H. Panda. – Delhi: Asia Pacific Business Press Inc., 2010. – 704 p.
- Andrew J. Taylor. Food Flavour Technology [Text] / Andrew J. Taylor, Robert S. T. Lingforth. – New Jersey: Wiley-Blackwell, 2010. – 351 p.
- Ziegler, H. Flavourings. Production, composition, application, regulation. Second edition [Text] / H. Ziegler. – Berlin: Wiley-VCH, 2007. – 811 p.
- А.с. № 2133767, Российская Федерация, МПК7 C11 B 9/00. Способ переработки фенхелевого эфирного масла ректификацией / В. А. Герасименко, В. М. Набивач (РФ). – № 5429704; заявл. 16.11.1999; опубл. 03.09. 2000, Бюл. №2.