



# Зберігання та переробка продукції

УДК 633.3:658.562

© 2018

## ТЕХНОЛОГІЯ КОНЦЕНТРАТУ ІЗ СУШЕНИХ ЛИСТКІВ СТЕВІЇ

*М.В. Роїк<sup>1</sup>, І.В. Кузнєцова<sup>2</sup>*

<sup>1</sup> доктор сільськогосподарських наук, академік НААН

<sup>2</sup> доктор сільськогосподарських наук

<sup>1</sup> Інститут біоенергетичних культур і цукрових буряків НААН  
вул. Клінічна, 25, м. Київ, 03141, Україна

<sup>2</sup> Національна академія аграрних наук України  
вул. Михайла Омеляновича-Павленка, 9, м. Київ, 01010, Україна  
e-mail: <sup>1</sup> sugarbeet@ukr.net, <sup>2</sup> ingav@ukr.net

Надійшла 26.02.2018

**Мета.** Удосконалити технологію концентрату з сушених листків стевії на основі застосування екологічного екстрагенту. **Методи.** Використано методичні підходи для удосконалення технологічних особливостей виробництва концентрату високої якості. **Результати.** Досліджено особливості екстрагування речовин дитерпенових глікозидів очищеною водою з устанавленням їхнього оптимального співвідношення, температури та тривалості процесу. **Висновки.** Обґрунтовано проведення рециркуляції насиченого розчину для підвищення якості концентрату. Досліджено процес очищення екстракту від баластних речовин і запропоновано апаратурно-технологічну схему виробництва.

**Ключові слова:** сушені листки стевії, концентрат, речовини дитерпенових глікозидів, апаратурно-технологічна схема.

Стевія є перспективною культурою для ґрунтово-кліматичних зон України. Вона підвищує імунітет і пригнічує розвиток шкідливої мікрофлори у харчових продуктах. Зокрема, для людського організму виявляє антивірусну та антиалергічну дію, антиоксидантну активність, перешкоджає впливу шкідливих хімічних речовин і гістаміну, запобігаючи побічній дії гормону стероїду [1, 2]. Провідні дієтологи та фармакологи світу вважають, що використання стевії у харчуванні є значним вкладом в оздоровлення населення [3]. Безалкогольні напої,

виготовлені з концентрату, отриманого з сушених листків стевії, швидко втамовують спрагу. Це дало змогу виробникам витіснити з внутрішнього ринку США штучні замінники цукру (аспартам і сахарин), а компанії Pepsi-Cola і Coca-Cola повністю перейти на застосування такого концентрату.

В Україні стевію використовують у виробництві понад 6000 видів продуктів харчового призначення (шоколаду, цукерок, печива, йогуртів, молочних напоїв і морозива), а також у медицині [4]. Запатентовано рецепти на харчові й косметологічні продукти, які

отримали високі оцінки на дегустаційних комісіях і міжнародних виставках. Зростає попит на речовини дитерпенових глікозидів (РДГ) і за виробництва жировмісних продуктів у Нідерландах і Німеччині, розпочато виробництво халварину (напівмаргарину) та майонезу в Україні (ПрАТ «Київський маргариновий завод», торгова марка «Олком»). У ТОВ «Горобина» (Сумська обл.) налагоджено виробництво горілки особливої на основі ароматизованого спирту з сушених листків стевії.

**Аналіз останніх досліджень і публікацій.** Виробництво концентрату з сушених листків стевії складається із послідовних технологічних операцій: підготовки сировини, екстракції, очищення, концентрування, пакування та зберігання. Вибір оптимальних умов проведення екстракції впливає на якість готового продукту. Саме за екстракції формуються смакові властивості концентрату: наявність гіркуватого присмаку, інтенсивність солодкості та ін.

Як екстрагенти застосовують: метанол, послідовно метанол і очищену воду або лише очищену воду. А.Е. Abou-Arab et al. [5] установлено перевагу екстракції водним екстрагентом, що дає змогу отримати екстракт із більшим (на 2,6%) умістом стевіозиду. Крім екологічного значення виробництва концентрату із використанням як екстрагента води, перевагу цьому способу надають за мікробіологічними показниками. Концентрат містить меншу кількість штамів мікроорганізмів *B. subtilis* і *S. aureus*, і на відміну від концентратів, отриманих за двома іншими способами, менше штамів мікроорганізмів: *M. luteus*, *S. marcescens*, *P. aeruginosa*, *B. megaterium*, *E. coli*, *P. vulgaris* [6].

Запатентовано кілька промислових способів вилучення, очищення та використання РДГ різного ступеня чистоти [7, 8]. Однак отримання ускладнено через недосконалість технологій. Це пов'язано із застосуванням органічних розчинників і складної системи утилізації відходів, спеціального обладнання і приладів, що здорожчує технологію виготовлення РДГ у промислових обсягах.

Удосконаленню технологічних умов отримання концентрату присвячено праці відомих вітчизняних і зарубіжних учених [7–11]. Незважаючи на ряд проведених досліджень,

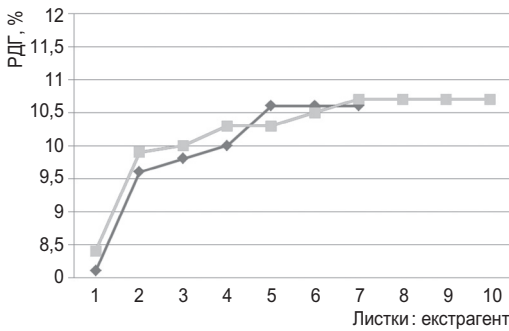
залишається ще низка питань, пов'язаних з технологічними особливостями отримання концентрату з сушених листків стевії.

**Методика досліджень.** Під час дослідження процесу екстрагування використовували підготовлені сушені листки стевії цілі з умістом домішок 3,8% та подрібнені до розміру часток 1–3 мм з умістом домішок 0,19%. Упродовж досліджень уміст РДГ у сушених листках стевії становив 10,7–11,2%, флавоноїдів — 605–625 мг/кг, білка — 7,8%.

Екстрагентом була очищена питна вода, тривалість процесу — 7 год. Екстрагування речовин із сушених листків стевії проводили за різного співвідношення сировини та екстрагента (*дослід 1*): для цілих листків — від 1:1 до 1:7 і подрібнених — до 1:10. Ефективність процесу екстрагування визначали за ступенем вилучення РДГ із сушених листків стевії цілих і подрібнених. Вивчали ступінь переходу РДГ, білка та флавоноїдів залежно від температури процесу (*дослід 2*) (60, 70, 80, 90, 95°C). Досліджували умови проведення рециркуляції екстракту (*дослід 3*). Відокремлювали шрот від екстракту та очищали його фільтруванням через капроновий фільтр (*дослід 4*). Технологічні показники осаду визначали за швидкістю фільтрування та об'ємом утвореного осаду.

**Результати досліджень.** Екстракція РДГ сушених листків стевії здійснюється відповідно до закону Фіка, який характеризує швидкість дифузії молекул біологічно цінних речовин. Розмір і шар сировини — це одні з основних чинників, що впливають на ефективність екстрагування. Згідно із законом Фіка ефективність екстракції також залежить від співвідношення сировини і екстрагента, температури процесу та його тривалості. Вивчено кінетику екстрагування РДГ (*дослід 1*) із сушених листків стевії (рис. 1). За співвідношення 1:5 для цілих та 1:7 подрібнених сушених листків стевії досягається максимальне значення вмісту РДГ в екстракті. З отриманих залежностей установлено, що оптимальною тривалістю екстрагування для цілих листків становить 6 год, для подрібнених — 4,5 год.

Збільшення частки води не підвищує ефективності екстрагування, а лише здорожчує готовий продукт через підвищення



**Рис. 1.** Залежність вмісту речовин дитерпенових глікозидів від співвідношення сировини і екстрагента (дослід 1): —◆— цілі листки (1);  $R^2=0,9234$ ; —■— подрібнені листки (2);  $R^2=0,8822$

витрат на електроенергію під час його концентрування, адже збільшення частки води зменшує вміст сухих речовин екстракту. Водночас надлишкова волога екстракту призведе до зниження якості внаслідок певного окиснення біологічно активних сполук і зростання енерговитрат на концентрування екстракту. Кореляційну залежність вмісту РДГ від співвідношення сировини і екстрагента наведено рівняннями:

- цілі —  $y_1=8,3699x^{0,1347}$ ;
- подрібнені —  $y_2=0,9036\ln(x)+8,8551$ ,

де  $y$  — РДГ;  $x$  — співвідношення сировини:екстрагент.

Кореляційний коефіцієнт для подрібнених листків становить 0,92, цілих — 0,88. Це свідчить про більшу взаємодію між екстрагентом і подрібненими листками, що сприяє прискоренню процесу вилучення РДГ.

Для встановлення оптимальної тривалості вивчали кінетику екстрагування РДГ (рис. 2) із сушених листків залежно від тривалості процесу (дослід 2).

З отриманих залежностей видно, що після 3-х год екстрагування є так званий «поріг», після якого швидкість процесу екстрагування зростає. Це свідчить про 2-етапність процесу. Отже, упродовж 3-х год екстрагування відбувається інтенсивний перехід у розчин основної частини РДГ і в подальшому швидкість внутрішньої дифузії уповільнюється. Ефективніше екстракція відбувається за застосування сушених подрібнених листків упродовж 4,5–5 год. Це забезпечує виробництво екстракту

з умістом РДГ 10,65%. При цьому втрати із сировиною РДГ становитимуть 0,25% за подрібнених листків і 0,32% за застосування цілих. Інтенсивний перехід РДГ за екстрагування здійснюється у 2 етапи:

I — упродовж 1-ї год екстракції здійснюється перехід максимально можливої кількості РДГ. При цьому терпени швидко випаровуються, легко окиснюються і розкладаються. Коефіцієнт внутрішньої дифузії становить  $2,4 \cdot 10^{-4} \text{ м}^2/\text{с}$ ;

II — після 3-ї год екстракції перехід РДГ у розчин збільшився в 1,1 раза та знизився коефіцієнт внутрішньої дифузії — в 2,7 раза.

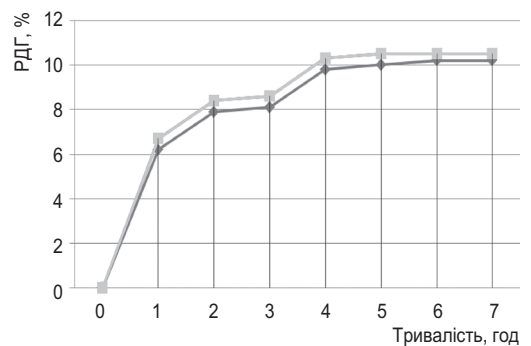
Вплив тривалості екстракції на вилучення РДГ наведено рівняннями для сушених листків стевії:

- цілих —  $y=-0,0001x^6+0,017x^5-0,36x^4+3,303x^3-14,581x^2+31,867x-20,25$ ;
  - подрібнених —  $y=7E-05x^6+0,013x^5-0,356x^4+3,439x^3-15,617x^2+34,474x-21,963$ ,
- де  $y$  — РДГ;  $x$  — тривалість екстрагування.

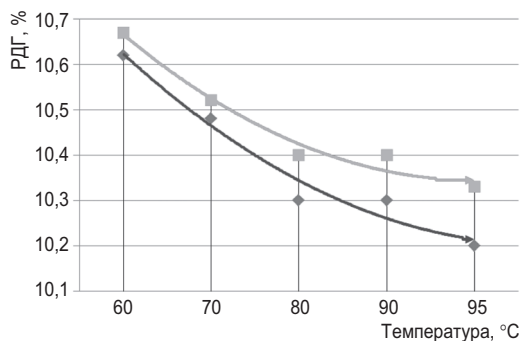
Кореляційний коефіцієнт при цьому в обох випадках становить 0,99.

Визначали вплив температури на ефективність екстрагування з сушених листків (дослід 3): РДГ (рис. 3), флавоноїдів (рис. 4) та білка (рис. 5) [12].

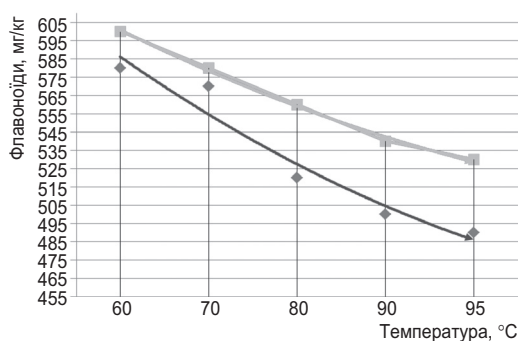
Виявлено, що з подрібнених сушених листків перехід зазначених сполук відбувається інтенсивніше, ніж із цілих. Зокрема, найбільшу кількість РДГ вилучено з сушених листків стевії за температури екстрагування  $60^\circ\text{C}$  (10,62 і 10,68%, відповідно), найменшу — за  $95^\circ\text{C}$  — 10,2 і 10,32%,



**Рис. 2.** Уміст речовин дитерпенових глікозидів у екстракті залежно від тривалості процесу (дослід 2): —◆— цілі листки;  $R^2=0,9962$ ; —■— подрібнені листки



**Рис. 3.** Залежність екстрагування речовини ди-терпенових глікозидів від температури процесу (дослід 3): —◆— цілі листки;  $R^2=0,9651$ ; —■— подрібнені листки;  $R^2=0,9704$



**Рис. 4.** Залежність екстрагування флавоноїдів від температури процесу (дослід 3): —◆— цілі листки (1);  $R^2=0,9453$ ; —■— подрібнені листки (2);  $R^2=0,9965$

відповідно. Кінетику екстрагування РДГ наведено рівняннями для сушених листків стевії:

- цілих —  $y_1 = 0,019x^2 - 0,214x + 10,82$ ;
- подрібнених —  $y_2 = 0,02x^2 - 0,2x + 10,84$ ,

де  $y$  — РДГ, %;  $x$  — тривалість екстрагування, год.

Кореляційний зв'язок процесу становить для цілих листків 0,96, подрібнених — 0,97.

Дослідженням встановлено, що краще екстрагуються флавоноїди з подрібнених сушених листків, уміст яких за температури процесу 60°C становить 600 мг/кг (рис. 4).

Зі збільшенням температури процесу (до 95°C) уміст флавоноїдів зменшується до 530 мг/кг для подрібнених сушених листків і 490 мг/кг для цілих. Збільшення температури призводить до розкладання рутину та утворення барвних сполук, вилучити які під час очищення неможливо. В отриманих зразках екстракту визначали вміст білка як одного з основних критеріїв якості готового продукту, що впливає на тривалість зберігання (дослід 3). Рівняння кореляційної залежності проходження процесу вилучення флавоноїдів мають такий вигляд для сушених листків стевії:

- цілих —  $y_1 = 2,143x^2 - 37,857x + 622$ ;
- подрібнених —  $y_2 = 1,429x^2 - 26,57x + 626$ ,

де  $y$  — уміст флавоноїдів, мг/кг;  $x$  — тривалість екстрагування, год.

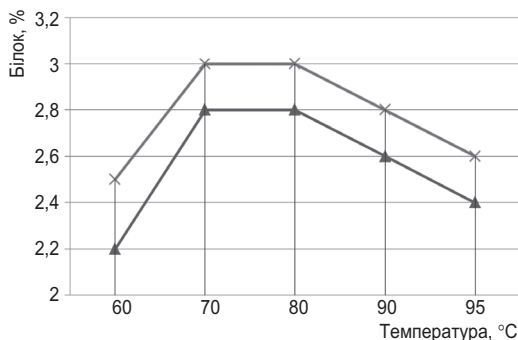
За значення кореляційних коефіцієнтів виявлено, що міцнішим є зв'язок за застосування подрібнених листків (0,99) і слабшим — для цілих листків (0,94).

Як свідчить ця залежність (рис. 5), зростання температури до 70°C сприяє кращому вилученню білка з екстракту: для подрібнених сушених листків — 3%, цілих — 2,8%.

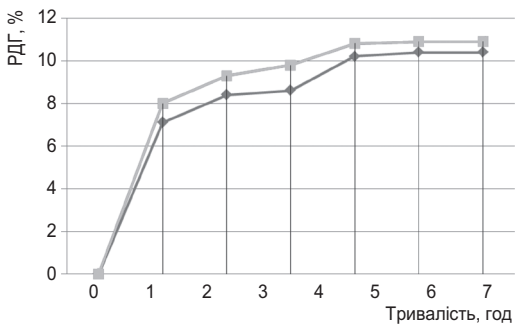
Після 80°C вміст білка зменшується і за 95°C процесу становить для сушених листків подрібнених — 2,6%, цілих — 2,4%. Це свідчить, що зростання температури процесу призводить до розкладання білкових речовин з утворенням барвних сполук, що надає готовому продукту інтенсивного темно-коричневого кольору. Вилучення білка описано кореляційними залежностями для сушених листків стевії:

- цілих —  $y_1 = 0,05x^3 - 0,578x^2 + 1,972x + 0,76$ ;
- подрібнених —  $y_2 = -0,004x^4 + 0,092x^3 - 0,696x^2 + 2,008x + 1,1$ ,

де  $y$  — уміст білка, %;  $x$  — тривалість екстрагування, год.



**Рис. 5.** Залежність екстрагування білка від температури процесу (дослід 3): —▲— цілі листки (1);  $R^2=0,9979$ ; —×— подрібнені листки (2);  $R^2=1$



**Рис. 6.** Кінетика екстрагування подрібнених сушених листків за різного способу екстрагування (дослід 4):  $\blacklozenge$  — поступова;  $\blacksquare$  — рециркуляція;  $R^2=0,99$

Кореляційні коефіцієнти становлять для цілих листків — 0,99, подрібнених — 1,00.

Отримання екстракту в умовах, наближених до виробничих, забезпечується застосуванням рециркуляції насиченого екстрагента. Визначали вміст РДГ в екстрактах за поступовою екстракцією та із застосуванням рециркуляції насиченого екстракту (рис. 6).

В обох випадках спостерігається «поріг» після 3-х год екстрагування. Проте за більшої швидкості екстрагування рециркуляційним способом насичення екстракту РДГ відбувається повніше. Дослідження свідчать про доцільність застосування у виробництві з перероблення сушених листків екстрагування подрібнених листків дисперсністю 1,0–2,5 мм із рециркуляцією упродовж 5 год за температури 60–70°C. Після завершення екстрагування втрати РДГ із шротом становлять за поступового екстрагування — 5%, за рециркуляційного — 3%. Процес описується кореляційною залежністю за кореляційного коефіцієнта 0,99 для екстракції:

• поступової —  $y=0,026x^5-0,597x^4+5,258x^3-22,046x^2+44,674x-27,329$ ;

• із рециркуляцією —  $y=0,028x^5-0,645x^4+5,638x^3-23,646x^2+48,293x-29,671$ , де  $y$  — РДГ, %;  $x$  — тривалість екстрагування, год.

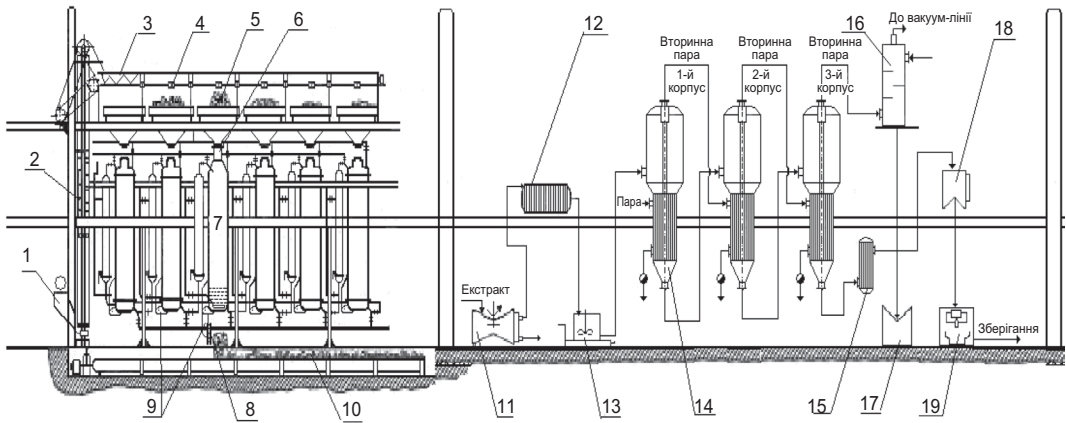
Після відокремлення шроту в екстракті залишаються частинки клітковини та утворюється осад скоагульованих сполук (дослід 5). Очищення екстракту від утвореного осаду зазвичай здійснюють фільтруванням через дискові фільтри або із застосуванням сепаратора. Визначено технологічні показники утвореного осаду (таблиця).

Повної стабільності з осадженням осаду екстракт набуває упродовж 25 хв, за якого досягається максимальна швидкість фільтрування — 2,8 см/хв, коефіцієнт фільтрування — 5. Уміст твердої фази в екстракті — 0,27–0,30 г/л, густина згущеної суспензії (осаду) — 1,17–1,24 г/см<sup>3</sup>. До компонентного складу осаду входять: клітковина — 0,76%, білок — 1,36; РДГ — 0,11; жир — 0,19% та флавоноїди — 0,37 мг/кг, що утворили комплекси з іонами металів. Надалі отриманий осад можна використати як органічне добриво на полях із вирощування маточників стевії. Очищений екстракт концентрували до вмісту масової частки сухих речовин (СР) 60–65%.

На виробництво концентрату розроблено та погоджено в Департаменті продовольства Міністерства аграрної політики та продовольства України ТІ 10.83.14–00.00.2:2014 «Концентрати з сушених листків стевії (*Stevia rebaudiana Bertoni*)», які відпрацьовані на базі ТОВ «Апикосметик». До технологічної схеми виробництва концентрату з сушених листків стевії входять: підготовка до екстрагування подрібнених листків до розміру часток

**Технологічні показники осаду (дослід 5)**

Тривалість процесу, хв	Швидкість осадження, см/хв	Коефіцієнт фільтрування	Об'єм осаду, см <sup>3</sup>
5	1,8	2,0	26,5
10	2,2	2,1	27,0
15	2,3	2,3	27,4
20	2,5	3,2	27,3
25	2,8	5,0	27,5
30	2,8	5,0	27,5



**Рис. 7. Апаратурно-технологічна схема отримання концентрату з сушених листків стевії:** 1 – бункер; 2 – елеватор; 3 – шнек; 4 – засувка; 5 – приймальний бункер; 6 – лоток; 7 – екстрактори-перколятори; 8 – імітоване дно люка екстрактора; 9 – кришка відкидного люка; 10 – транспортер; 11, 18 – мірні збірники; 12 – фільтрпреси; 13 – збірник-ваги; 14 – вакуум-апарати; 15 – теплообмінник; 16 – барометричний конденсатор; 17 – збірник барометричної води; 19 – пакувальник концентрату

1–3 мм, екстрагування за температури 60–70°C упродовж 4,5–5 год, відділення

екстракту від шроту, очищення, концентрування, охолодження та пакування (рис. 7).

## Висновки

Обґрунтовано технологічні умови виробництва концентрату із сушених листків стевії, співвідношення подрібненої сировини : екстрагент (1:5) з рециркуляцією очищеного водного екстрагенту впродовж 5-ти год за температури 60–70°C; очищення екстракту фільтруванням від домішок з подальшим його концентруванням до вмісту  $CP=65\%$ .

Розроблено та погоджено в Департаменті продовольства Міністерства аграрної політики та продовольства України ТІ 10.83.14–00.00.2:2014 «Концентрату з сушених листків стевії (*Stevia rebaudiana* Bertoni)». Удосконалені елементи технології переробляння подрібнених сушених листків відпрацьовано на базі ТОВ «Апікосметик».

**Роик Н.В.<sup>1</sup>, Кузнецова І.В.<sup>2</sup>**

<sup>1</sup> Інститут біоенергетических культур и сахарной свеклы НААН, ул. Клиническая, 25, г. Киев, 03141, Украина, <sup>2</sup> Национальная академия аграрных наук Украины, ул. Михаила Омеляновича-Павленко, 9, г. Киев, 01010, Украина; e-mail: <sup>1</sup> sugarbeet@ukr.net, <sup>2</sup> ingav@ukr.net

### Технология концентрата из сушеных листьев стевии

**Цель.** Усовершенствование технологии концентрата из сушеных листьев стевии на основе использования экологического экстрагента.

**Методы.** Используются методические подходы для усовершенствования технологических особенностей производства концентрата высокого качества. **Результаты.** Исследованы

особенности экстрагирования веществ дитерпеновых гликозидов очищенной водой с установлением их оптимального соотношения, температуры и продолжительности процесса. **Выводы.** Обосновано проведение рециркуляции насыщенного раствора для повышения качества концентрата. Исследован процесс очистки экстракта от балластных веществ и предложена аппаратурно-технологическая схема производства.

**Ключевые слова:** сушеные листья стевии, концентрат, вещества дитерпеновых гликозидов, аппаратурно-технологическая схема.

**Roik M.<sup>1</sup>, Kuznetsova I.<sup>2</sup>**

<sup>1</sup> Institute of biopower crops and sugar beet of NAAS, Klinichna Str., 25, Kyiv, 03141, Ukraine, <sup>2</sup> National academy of agrarian sciences of Ukraine,

Michael Omelianovich-Pavlenko Str., 9, Kyiv, 01010, Ukraine; e-mail: <sup>1</sup> sugarbeet@ukr.net, <sup>2</sup> ingav@ukr.net

**Technology of manufacture concentrate from dried leaves of Stevia**

**The purpose.** To improve technology of manufacture concentrate from dried leaves of Stevia on the basis of utilization of ecological extractant. **Methods.** Methodical approaches for development of technological features of production of concentrate of high quality. **Results.** Features of extraction

of matters of diterpene glycosides by treated water with determination of their optimum ratio, temperature and duration of process are probed. **Conclusions.** Recycling of saturated solution for improving quality of concentrate is justified. Process of purification of extract from ballast matters is probed and instrumental-technological scheme of production is offered.

**Key words:** dried leaves of Stevia, concentrate, matters of diterpene glycosides, instrumental-technological scheme.

## Бібліографія

1. Kuznesof P. Steviol-glycosides. Chemical and technical assessment. Steviol-glycosides (CTA). 2007. 8 p.
2. Wojewoda A., Wodyk T., Stepienowski D. et al. Analysis of content of steviosides as biologically active compounds in stevia (*Stevia rebaudiana*) and products manufactured on the basis of this plant. *World Scientific News* 93. 2018. P. 146–156.
3. Brandle J.E., Starratt A.N., Gijzen M. Stevia rebaudiana: Its agricultural, biological and chemical properties. *Canadian j. of plant science*. 1998. P. 527–536.
4. *Альтернативные подсластители в обстановке высоких цен на сахар. Market Evaluation Consumption and Alternative Sweeteners Statistics Committee in a Higher Sugar. Price Environment International Sugar Organization* 42 MECAS(12)04. 2012. № 3. 66 с.
5. Abou-Arab A.E., Abou-Arab A.A., Abou-Salem M.F. Phisico-chemical assessment of natural sweeteners steviosides produced from Stevia rebaudiana bertroni plant. *A.J. of Food Science*. 2010. 4(5). P. 269–281.
6. Семенова Е.Ф., Веденева А.С., Жужжалова Т.П. Скрининг антимикробной активности жидких экстрактов стевии ребо (*Stevia rebaudiana Bertoni*). Вестн. ВГУ, Серия: химия, биология, фармация. 2010. № 1. С. 121–126.
7. Patent 5,972,120 United States, C1C A23L1/236 (20060101), C07G003/00, A23C1/22. Extraction of sweet compounds from Stevia rebaudiana Bertroni. Kutowy O. et al. assignee: National Research Council of Canada. № 09/116.925, filed July 17, 1998.
8. Patent 4,892,938 United States, C1C A23L1/22 (20060101), C07H15/256, C07G003/00, C07H001/06. Method for the recovery of steviosides from plant raw material. Giovanetto Roger H. № 07/221.811, filed July 20, 1998.
9. Патент РФ МПК C07 H 15/24, C07 H 15/256. Способ получения стевииозида. Зубцов В.А., Милородова Е.И., Юрова Е.Ю., Рясенский С.С., Осипова Л.Л.; заяв. патентовладелец Республиканская научно-исследовательская лаборатория по биологически активным веществам, АОЗ «Амон». № 95118920/04; заявл. 08.11.1995.
10. Патент 42159 України на винахід МПК<sup>9</sup> A23L1/221, A61K35/78. Спосіб одержання екстракту стевії. Чорна В.П., Никифорок І.В.; заяв. патентовласник Чорна В.П., Никифорок І.В. № u200052864; заявл. 19.05.2000; опубл. 15.10.2001; Бюл. № 9.
11. Патент 46746 України на корисну модель МПК<sup>9</sup> A23L1/00. Спосіб приготування очищеного екстракту стевії медової (*Stevia Rebaudiana Bertoni*). Шульгін В.Ф., Бекірова З.З., Брежнев О.В., Піхідчук Ю.О. та ін.; заяв. патентовласник Таврійський нац. ун-т ім. В.І. Вернадського, Приватне підприємство «Стевія». № u200904376; заявл. 05.05.2009; опубл. 11.01.2010; Бюл. № 1.
12. Поїк М.В., Кузнєцова І.В. Стевія в харчовій промисловості: моногр. Київ: Аграр. наука, 2015. 136 с.