

НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
“ХАРКІВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ”

Кобзар Марина Василівна

УДК 665.37:665.662.3:66.094.3

**ТЕХНОЛОГІЯ ОДЕРЖАННЯ ВИСОКОКОНЦЕНТРОВАНИХ ФОСФОЛІПІДІВ
СОНЯШНИКОВОЇ ОЛІЇ**

Спеціальність 05.18.06 - технологія жирів, ефірних масел і
парфумерно-косметичних продуктів

Автореферат
дисертації на здобуття наукового ступеня
кандидата технічних наук

Харків – 2005

Дисертацією є рукопис

Робота виконана на кафедрі технології зберігання та переробки сільськогосподарської продукції Дніпропетровського державного аграрного університету Міністерства аграрної політики України, м. Дніпропетровськ

Науковий керівник: доктор технічних наук, професор
Мельников Костянтин Олексійович
Дніпропетровський державний аграрний університет,
професор кафедри хімії

Офіційні опоненти: доктор технічних наук, професор
Демидов Ігор Миколайович,
Національний технічний університет
«Харківський політехнічний інститут»,
професор кафедри технології жирів

кандидат технічних наук
Гринченко Ольга Олексіївна
Харківський державний університет харчування та торгівлі,
доцент кафедри технології харчування

Провідна установа: Національний університет харчових технологій,
МОН України, м. Київ

Захист відбудеться “ ____ ” _____ 2006 р. о ____ годині на засіданні спеціалізованої вченої ради Д64.050.05 Національного технічного університету “Харківський політехнічний інститут” за адресою: 61002, м. Харків, вул. Фрунзе, 21.

З дисертацією можна ознайомитись у бібліотеці Національного технічного університету “Харківський політехнічний інститут”.

Автореферат розісланий “ ____ ” _____ 2006 р.

Вчений секретар
спеціалізованої вченої ради Д 64.050.05

Тимченко В.К.

ЗАГАЛЬНА ХАРАКТЕРИСТИКА РОБОТИ

Актуальність теми. Однією з основних тенденцій розвитку харчової промисловості ХХІ століття є створення здорових, так званих, функціональних продуктів харчування. Такі продукти відрізняються наявністю в своєму складі інгредієнтів, які виконують, крім традиційної харчово-енергетичної, ще ряд специфічних фізіологічних функцій, допомагають організму людини протистояти негативному впливу цивілізації. Створення таких продуктів неможливо без використання біологічно активних добавок (БАД).

Центральне місце серед таких БАД, виготовлених із жирової сировини займають лецитин і лецитинвмісні продукти, які практично не виробляються в Україні і в значних кількостях для потреб харчової промисловості, медицини і сільського господарства постачаються іноземними фірмами. Тому дослідження, що спрямовані на розробку технології одержання висококонцентрованих фосфоліпідів із вітчизняної олійно-жирової сировини – фосфатидного концентрату соняшникової олії, – є актуальними.

Зв'язок роботи з науковими програмами, планами, темами. Дисертаційна робота виконувалася на кафедрі хімії Дніпропетровського державного аграрного університету в межах держбюджетної роботи «Розробка технології і створення промислового виробництва харчової добавки – фосфоліпідний комплекс» (план фундаментальних НДР МОН України, Д/Р № 0103U008585, 2003 – 2004 рр.), де здобувач був виконавцем окремих розділів.

Мета і задачі дослідження: розробити та дослідити технологію одержання висококонцентрованих фосфоліпідів соняшникової олії.

Для досягнення мети, яка була поставлена, вирішувалися такі задачі:

- запропонувати і обґрунтувати використання для знежирення фосфатидного концентрату більш ефективного розчинника, який добре розчиняє нейтральні ліпіди, практично не розчиняє фосфоліпіди і є нешкідливим для людини;
- визначити кінетичні закономірності процесу екстракції фосфатидного концентрату обраним розчинником;
- дослідити фізико-хімічні властивості одержаних висококонцентрованих фосфоліпідів;
- дослідити методи інтенсифікації процесу екстракції фосфатидного концентрату;
- відпрацювати режими екстракції і технології виділення харчового лецитину із фосфатидних концентратів;
- дослідити вплив термічної дії на фосфоліпіди під час знежирення фосфатидного концентрату;
- вивчити кінетику процесу взаємодії кисню повітря з фосфоліпідами при знежиренні фосфатидного концентрату і під час зберігання висококонцентрованих фосфоліпідів.

Об'єкт дослідження – технологія знежирення фосфатидного концентрату, харчовий лецитин.

Предмет дослідження – фосфатидний концентрат соняшникової олії, знежирений фосфатидний концентрат.

Методи дослідження – фізико-хімічні та органолептичні властивості висококонцентрованих фосфоліпідів визначались за стандартними методиками; виконано математичне планування експерименту, а також статистичну обробку і кореляційний аналіз результатів досліджень; визначення функціональних груп фосфоліпідів, які беруть участь в окремих процесах і реакціях, виконано з використанням ІЧ-спектроскопії і хімічних методів аналізу; фракційний склад фосфоліпідів, досліджений за допомогою тонкошарової хроматографії, а кислотний склад – за допомогою газорідинної хроматографії метилових ефірів.

Наукова новизна одержаних результатів:

- вперше в якості екстрагенту для знежирення фосфатидного концентрату та одержання висококонцентрованих фосфоліпідів запропоновано ізопропіловий спирт; показано, що його використання при температурі екстрагування 50–80°C дозволяє збільшити швидкість процесу та знизити витрати екстрагенту в 5–6 разів;

- вивчено кінетичні закономірності процесу знежирення фосфатидного концентрату ізопропіловим спиртом при підвищених температурах і встановлено, що доцільною температурою екстрагування є температура 60 °C, за якої температурний вплив на лецитин незначний, а швидкість знежирення стає високою;

- вперше показано, що при температурі знежирення фосфатидного концентрату ізопропіловим спиртом 80 °C спостерігається незначна позиційна ізомеризація ізольованих дієнів ацилгліцеридів у спряжені дієни;

- визначено фракційний склад і фізико-хімічні показники висококонцентрованих фосфоліпідів і встановлено, що у жирнокислотному складі переважають лінолева (59–61%), олеїнова (10–12 %) і пальмітинова (16–19 %) кислоти; доведено, що з підвищенням температури екстрагування вміст фосфатидилхоліну зменшується, а фосфатидилетаноламіну підвищується.

- досліджена кінетика окиснення фосфоліпідів і встановлено, що фосфоліпіди, виділені при більш низьких температурах знежирення фосфатидного концентрату, за вільного контакту з киснем повітря поглинають більше кисню, ніж фосфоліпіди, виділені при підвищених температурах. Визначена швидкість утворення і розпаду гідропероксидів, а також розраховані константа швидкості розпаду гідропероксидів та енергія активації цього процесу;

- досліджено термічний вплив на фосфоліпіди в процесі знежирення фосфатидного концентрату і встановлено, що активними центрами в молекулах фосфоліпідів є етиленові зв'язки, аміногрупи, фосфатні угруповання і α -метиленові групи. Доведено, що термічна дія на фосфоліпіди при знежиренні фосфатидного концентрату в діапазоні температур 50–80 °C

спрямована передусім на подвійні зв'язки ацилу лінолевої кислоти. При температурах, близьких до 80 °С вже помітний процес позиційної ізомеризації з утворенням спряжених дієнів.

- доведено, що знежирення фосфатидного концентрату в діапазоні температур 50–80 °С не веде до інактивації фосфоліпідів і утворення транс-ізомерів.

Практичне значення одержаних результатів. Розроблена технологія одержання висококонцентрованих фосфоліпідів соняшникової олії з заміною традиційного екстрагенту – ацетону на ізопропіловий спирт, що дозволяє зменшити витрати розчинника на одиницю продукту в 5–6 разів у порівнянні з існуючою технологією. Запропонований екстрагент менш токсичний, ніж ацетон, і не утворює з фосфоліпідами проміжних нестійких сполук. Одержаний за запропонованою технологією продукт – харчовий лецитин, за своїми фізико-хімічними та мікробіологічними показниками відповідає існуючим нормативним документам та менш забруднений вуглеводами, ніж при знежиренні ацетоном.

Розроблена технологія знежирення фосфатидного концентрату пройшла промислові випробування на ЗАТ «ДЮПЕА» (Науково-дослідний інститут хімічних реактивів, м. Дніпропетровськ).

Розроблено проект технічних умов на харчовий лецитин.

Особистий внесок здобувача. Основні положення і наукові результати дисертаційної роботи, що винесено на захист, одержані автором особисто. Серед них: планування і проведення експериментів із знежирення фосфатидного концентрату; аналіз і обґрунтування одержаних результатів, обробка їх за допомогою статистичного аналізу, а також формулювання основних висновків. Постановку мети і задач досліджень, обґрунтування и аналіз одержаних даних виконано разом з науковим керівником.

Апробація результатів дисертації. Основні результати досліджень доповідалися, обговорювалися і одержали позитивну оцінку на наукових конференціях: II Міжнародній науково-практичній конференції «Динаміка наукових досліджень 2003» (м. Дніпропетровськ), VII Міжнародній науково-практичній конференції «Наука і освіта 2004» (м. Дніпропетровськ), III Міжнародній науково-практичній конференції «Динаміка наукових досліджень 2004» (м. Дніпропетровськ), Всеукраїнській конференції молодих вчених з актуальних питань хімії (м. Дніпропетровськ, 2004 р.), I Міжнародній науково-практичній конференції «Науковий потенціал світу 2004» (м. Дніпропетровськ), IV Міжнародній науково-практичній конференції «Сучасні напрями технології та механізації процесів переробних і харчових виробництв» (м. Харків, 2004 р.), Міжнародній науково-практичній конференції «Наука і освіта 2005» (м. Дніпропетровськ), IV Міжнародній науково-практичній конференції «Нові технології та технічні рішення в харчовій промисловості: сьогодення та перспективи» (м. Київ, 2005 р.), IV Міжнародній конференції «Масложирова промисленность – 2005» (м. Київ). У повному

обсязі дисертація була розглянута на засіданні кафедри технології зберігання та переробки сільськогосподарської продукції Дніпропетровського державного аграрного університету.

Публікації. Результати дисертації відображено в 20 опублікованих роботах, у тому числі 9 наукових статей, з них 8 – у фахових виданнях ВАК України; 8 матеріалів і тез конференцій; 3 деклараційних патенти України.

Структура і обсяг роботи. Дисертаційна робота складається з вступу, 7 розділів, висновків та 6 додатків. Повний обсяг дисертації – 190 сторінок; з них 19 ілюстрацій і 31 таблиця за текстом; 6 додатків на 35 сторінках; список використаних літературних джерел – 219 найменувань на 22 сторінках.

ОСНОВНИЙ ЗМІСТ РОБОТИ

У **вступі** обґрунтовано актуальність роботи, визначено мету і задачі дослідження, визначено наукову новизну та практичну значимість роботи.

У **першому розділі** «Аналітичний огляд літератури і вибір напрямів досліджень» проведено аналіз науково-технічної інформації вітчизняних та закордонних авторів щодо сучасних тенденцій у галузі одержання рослинних фосфоліпідів, їх використання в господарюванні людини, а також розглянута взаємодія фосфоліпідів з киснем повітря. Показано, що основною сировиною для одержання фосфоліпідів є фосфатидні концентрати, які утворюються як «умовні відходи» підчас гідратації олій, а загально прийнятим способом вилучення фосфоліпідів з них є знежирення полярним екстрагентом, який розчинює в собі вільні ліпіди.

Літературний огляд показав, що основним екстрагентом для знежирення фосфатидного концентрату в більшості розглянутих джерел є ацетон, який має ряд суттєвих недоліків. Тому пошук нових, ефективних екстрагентів, менш токсичних і таких, що володіють значними екстрактивними властивостями, а також альтернативних методів знежирення фосфатидного концентрату є актуальним завданням. На основі аналізу літературних джерел вибрано основні напрями досліджень.

У **другому розділі** «Характеристика об'єкту досліджень, методики проведення експериментів і аналізів» наведено загальний план робіт із знежирення фосфатидного концентрату соняшникової олії і одержання висококонцентрованих фосфоліпідів; перелік речовин, що використовувалися в експериментальних дослідженнях; методи дослідження вихідної сировини і одержаних знежирених фосфоліпідів.

У роботі як сировину використовували:

- 1) фосфатидний концентрат ЗАТ «Пологівський ОЕЗ»: КЧ – 12,50 мг КОН/г, волога і леткі речовини – 0,90 %, фосфатиди – 58,77 %, вміст олії – 39,33 %, нерозчинні речовини – 1,00 %;
- 2) фосфатидний концентрат ЗАТ «Дніпропетровський ОЕЗ»: КЧ – 16,50 мг КОН/г, волога і леткі речовини – 1,60 %, фосфатиди – 40,90 %, вміст олії – 56,00 %, нерозчинні речовини – 1,60 %;

3) фосфатидний концентрат ЗАТ «Запорізький ОЕЗ»: КЧ – 9,50 мг КОН/г, волога і леткі речовини – 0,45 %, фосфатиди – 51,30 %, вміст олії – 38,70 %, нерозчинні речовини – 9,55 %.

Хімічні та фізико-хімічні характеристики зразків знежирених фосфоліпідів визначали у відповідності до загальноприйнятих методик.

Для розділення суміші фосфоліпідів та ідентифікування окремих компонентів був використаний метод двовимірної мікротонкошарової хроматографії.

Жирнокислотний склад знежирених фосфоліпідів визначали шляхом газорідинної хроматографії.

Структурні особливості знежирених фосфоліпідів і їх якісний склад досліджували методом ІЧ-спектроскопії.

Показано доцільність використання математичного планування експерименту.

У третьому розділі «Пошук альтернативних методів знежирення фосфатидного концентрату» були розглянуті та досліджені альтернативні способи знежирення фосфатидного концентрату олій:

- можливість виведення фосфоліпідів із фосфатидного концентрату соняшникової олії, розчиненої у неполярному розчиннику (гексані), з подальшим гідратуванням розчинених фосфоліпідів;

- знежирення фосфатидного концентрату ізопропіловим спиртом за підвищених температур і невеликого співвідношення фосфатидного концентрату та ізопропілового спирту;

- знежирення фосфатидного концентрату ацетоном за підвищених температур і невеликого співвідношення ацетону та фосфатидного концентрату.

Спосіб виведення фосфоліпідів гідратуванням із розчину фосфатидного концентрату в гексані придатний у випадку використання фосфатидних концентратів із вмістом води 0,4–0,5 %. Більшість фосфатидних концентратів, які виробляються на олійно-жирових підприємствах України, містять до 0,9–1,6 % води. Відповідно для вказаних фосфатидних концентратів цей спосіб непридатний, оскільки з підвищенням вмісту води розчинність фосфоліпідів в гексані знижується. Крім того, при низьких температурах гідратації фосфоліпідів із розчину фосфатидного концентрату в гексані спостерігається незадовільне розділення гідратованих фосфоліпідів і нейтральних олій, розчинених у гексані. Іншим недоліком цього способу є ускладнення на стадії зневоднення виділених фосфоліпідів.

Ацетоновий спосіб знежирення фосфатидного концентрату при підвищених температурах і незначних витратах екстрагенту, незважаючи на значну економію розчинника і зменшення енерговитрат на його регенерацію, не зовсім придатний через токсичність екстрагенту. У зразках знежиреного фосфатидного концентрату знайдені залишкові кількості ацетону, що неприпустимо для використання одержаних за цим способом фосфоліпідів у харчових цілях.

Перелічених недоліків при знежиренні фосфатидного концентрату можливо уникнути, якщо екстрагування вести ізопропіловим спиртом в інтервалі температур 50–80 °С і невеликих вагових

співвідношеннях фосфатидного концентрату та ізопропіловому спирту. Саме цей спосіб було обрано для подальшого дослідження.

Суть запропонованої технології полягає в тому, що фосфатидний концентрат обробляють ізопропіловим спиртом у ваговому відношенні фосфатидний концентрат до ізопропілового спирту як 1:2 (на початковій стадії), а далі, для зменшення розчинності лецитину в ізопропіловому спирті, як 1:1 при температурі 50–80 °С та інтенсивному перемішуванні.

За цих умов вуглеводнева неполярна частина фосфоліпідів переводиться в розплавлений стан, що полегшує доступ екстрагенту в полярну частину молекули фосфоліпиду, яка плавиться за більш високих температур. Це дозволило різко знизити витрати екстрагенту при знежиренні фосфатидного концентрату.

Найбільший вплив на швидкість знежирення фосфатидного концентрату мають два фактори: температура екстрагування і кількісне співвідношення вагових частин фосфатидного концентрату та ізопропілового спирту.

У четвертому розділі «Дослідження кінетики знежирення фосфатидного концентрату ізопропіловим спиртом» були проведені експерименти щодо вивчення кінетики знежирення фосфатидного концентрату ізопропіловим спиртом залежно від температури процесу та вагових співвідношень компонентів.

З метою вивчення ступеня впливу технологічних факторів на швидкість екстрагування фосфатидного концентрату ізопропіловим спиртом і якість цільового продукту, а також для скорочення пошуку оптимальних умов цього процесу проведено факторне планування експерименту. Як змінні фактори використані температура процесу (X_1), вагове співвідношення компонентів (X_2) та інтенсивність перемішування фаз (X_3). Параметром оптимізації був вихід знежирених фосфоліпідів – y . Одержана емпірична залежність виходу висококонцентрованих фосфоліпідів від ряду технологічних факторів у вигляді рівняння регресії, яке має вигляд:

$$y = 49,92 + 0,59875x_1 + 0,49875x_2 + 0,24875x_3$$

Для перевірки адекватності рівняння регресії визначено експериментальне значення критерію Фішера, яке не перевищує табличного: $F_p \leq F$, $0,55 < 3,84$. Відповідно, рівняння регресії адекватно.

Як об'єкт дослідження був взятий фосфатидний концентрат Пологівського олійно-екстракційного заводу, одержаний шляхом гідратації соняшникової олії водою. Знежирення фосфатидного концентрату проводили ізопропіловим спиртом на лабораторній установці, що складається із круглодонної колби (об'єм 1 л), яка обладнана зворотним холодильником, мішалкою, контактним термометром, реле і термостатом (водяна баня).

Температуру процесу знежирення змінювали в інтервалі 50–70 °С, а в окремих випадках до 80 °С; вагове співвідношення фосфатидного концентрату та ізопропілового спирту 1:1 – 2, час

контакту фосфатидного концентрату з екстрагентом 5 хв. Після 5 хвилинного інтенсивного змішування суміш у колбі охолоджували до кімнатної температури, рідку фазу декантували і фільтрували. Фосфоліпіди з фільтру повертали в екстрактор, куди додавали розрахункову кількість ізопропілового спирту, і операцію повторювали.

Усього проводили 3–4 екстракції. Екстракт після декантації з екстрактора поміщали в попередньо зважену колбу установки для перегонки; екстрагент відганяли і визначали масу екстрагованих речовин.

На рис. 1 наведені кінетичні криві залежності виходу екстрагованих речовин від температури екстрагування (а) та їх анаморфози (б).

а) б) 1 – 50 °С; 2 – 60 °С; 3 – 70 °С,

Рис. 1. Кінетичні криві (а) та їх анаморфози (б) співвідношення фосфатидного екстрагування фосфатидного концентрату ізопропіловим концентрату до екстрагенту – як 1:2 на спиртом при різних температурах: початковій стадії, а далі – 1:1.

Результати досліджень свідчать про те, що 37–38% фосфатидного концентрату екстрагується на початковій стадії процесу, тобто при першому екстрагуванні видаляється 84–88 % ліпідів і супутніх їм речовин, що перебувають у фосфатидному концентраті.

Визначені кінетичні константи швидкості екстрагування та отримані кінетичні рівняння залежно від температури процесу (табл. 1).

Таблиця 1

Кінетичні константи знежирювання фосфатидного концентрату ізопропіловим спиртом залежно від температури процесу

| T, K | k, c ⁻¹ | A | C _p , г/кг | Кінетичні рівняння |
|------|--------------------------|------|-----------------------|-----------------------------------|
| 323 | 5,979 · 10 ⁻³ | 1,11 | 472,53 | $C = C_p (1 - 1,11 e^{0,00597t})$ |
| 333 | 6,050 · 10 ⁻³ | 1,22 | 475,60 | $C = C_p (1 - 1,22 e^{0,00605t})$ |
| 343 | 6,450 · 10 ⁻³ | 1,49 | 479,77 | $C = C_p (1 - 1,49 e^{0,00645t})$ |

Експериментальні дані дослідження хімічних показників знежирених фосфоліпидов дозволяють стверджувати, що доцільною температурою процесу екстрагування є температура 60 °С, за якої вплив температурної дії на лецитин незначний, а швидкість екстрагування залишається порівняно високою (рис. 2).

мгКОН/г; 3 – йодне число, г J₂/100 г; 4 – перекисне число, ммоль 1/2 O₂/кг; 5 –

Рис. 2. Залежність основних хімічних показників дієнове число, гJ₂/100г; вагове фосфоліпідів від температури екстрагування: 1 – співвідношення фосфатидного кислотне число, мг КОН/г; 2 – число омилення,

концентрату до екстрагенту 1:2 на початковій стадії, а далі – 1:1.

Досліджено також вплив вагового співвідношення компонентів на процес концентрування фосфатидного концентрату ізопропіловим спиртом. Знежирення проводили при температурі 60 °С, яка визнана раніше як найбільш ефективна для даного процесу.

Зміна співвідношення фосфатидного концентрату та ізопропілового спирту склала від 1:1 до 1:3 на початковій стадії екстрагування.

Найдоцільнішим співвідношенням фосфатидного концентрату (Q) та ізопропілового спирту (L) на початковій стадії знежирення є 1:2. Зменшення цього показника призводить до зниження швидкості процесу знежирення, а збільшення співвідношення компонентів – до часткового розчинення фосфоліпідів в екстрагенті, що негативно впливає на якісні і кількісні параметри кінцевого продукту (рис. 3).

а)

б)

Рис. 3. Кінетичні криві (а) та їх анаморфози (б) знежирення фосфатидного концентрату ізопропіловим спиртом залежно від співвідношення Q : L:

I – 1:1 на всіх стадіях знежирення; II – 1:2 на всіх стадіях знежирення; III – 1:2 на першій стадії знежирення, далі – 1:1; температура екстрагування 60°C

Визначені кінетичні константи швидкості екстрагування та одержані кінетичні рівняння, які описують процес знежирення фосфатидного концентрату ізопропіловим спиртом залежно від вагових співвідношень компонентів (табл. 2).

Таблиця 2

Кінетичні константи знежирення фосфатидного концентрату ізопропіловим спиртом залежно від вагового співвідношення компонентів

| Співвідношення Q : L | k, c ⁻¹ | A | C _p , г/кг | Кінетичні рівняння |
|--------------------------------------|-----------------------|--------|-----------------------|------------------------------------|
| 1:1 в кожній екстракції | $1,153 \cdot 10^{-2}$ | 2,718 | 475,640 | $C = C_p (1 - 2,718 e^{0,0115t})$ |
| 1:2 в кожній екстракції | $1,190 \cdot 10^{-2}$ | 5,641 | 475,640 | $C = C_p (1 - 5,641 e^{0,0119t})$ |
| 1:2 на початковій стадії, далі – 1:1 | $1,388 \cdot 10^{-2}$ | 27,113 | 479,776 | $C = C_p (1 - 27,113 e^{0,0138t})$ |

У п'ятому розділі «Склад та характеристика фосфоліпідів, вилучених із фосфатидного концентрату соняшникової олії» досліджений загальний, компонентний та жирнокислотний склад знежирених фосфоліпідів, а також здійснені експерименти щодо визначення відношення фосфоліпідів до нагрівання.

Загальна характеристика фосфоліпідів, одержаних при різних температурах екстрагування, наведена в табл. 3.

Таблиця 3

Загальна характеристика знежирених фосфоліпідів

| Вміст, % | Умови знежирення * | | | |
|----------------------|--------------------|------|------|------|
| | I | II | III | IV |
| Золи | 4,20 | 4,31 | 4,42 | 4,44 |
| Азоту | 1,23 | 1,30 | 1,03 | 1,03 |
| Фосфору | 3,59 | 3,96 | 4,38 | 4,84 |
| Вуглеводів | 3,03 | 3,13 | 3,18 | 3,33 |
| Неомілюваних ліпідів | 1,90 | 2,00 | 2,00 | 1,88 |

Примітка *. Тут і далі в таблицях умови знежирення означають: I – температура знежирення фосфатидного концентрату 50 °С; II – 60 °С; III – 70 °С; IV – 80 °С. Співвідношення фосфатидного концентрату та ізопропілового спирту 1:2 на початковій стадії, далі – 1:1.

До складу знежирених фосфоліпідів входять вуглеводи, які не видаляються із фосфатидного концентрату при знежиренні. Вони називаються зв'язаними, і їх кількість визначаються за даними кислотного гідролізу знежирених фосфоліпідів. Крім того, у фосфатидному концентраті, який підлягає знежиренню, знайдені вільні вуглеводи, які розчиняються в ізопропіловому спирті. Вільні вуглеводи (~50% від загального вмісту вуглеводів у фосфатидному концентраті) представлені в

основному глюкозою та галактозою. До складу висококонцентрованих фосфоліпідів входять зольні елементи (легкі і важкі метали), азот і фосфор, а також неомилавані ліпіди.

За даними мікротонкошарової хроматографії компонентний склад фосфоліпідів в основному представлений фосфатидилхоліном, фосфатидилетаноламіном, фосфатидилсерином і фосфатидними кислотами (табл. 4).

Таблиця 4

Компонентний склад фосфоліпідів, %

| Компонент | Умови знежирення | | | |
|--------------------------|------------------|------|------|------|
| | I | II | III | IV |
| Фосфатидилсерин | 13,0 | 13,5 | 14,0 | 14,0 |
| Фосфатидилінозитол | 14,2 | 14,3 | 14,3 | 15,0 |
| Лізофосфатидилхолін | 0,3 | 0,3 | 0,4 | 0,4 |
| Фосфатидилхолін | 28,2 | 28,0 | 27,6 | 26,8 |
| Фосфатидилетаноламін | 24,3 | 24,4 | 24,8 | 25,2 |
| Лізофосфатидилетаноламін | 0,3 | 0,3 | 0,2 | 0,2 |
| Фосфатидилгліцерол | 4,3 | 4,2 | 3,9 | 3,9 |
| Дифосфатидилгліцерол | 6,3 | 6,6 | 6,9 | 6,5 |
| Фосфатидні кислоти | 7,5 | 7,3 | 7,3 | 7,3 |

На підставі даних газорідної хроматографії метилових ефірів жирних кислот встановлено, що в жирнокислотному складі фосфоліпідів переважають лінолева (59–60 %), олеїнова (10,3–10,7 %), пальмітинова (18,0–19,1%) кислоти (табл. 5).

Таблиця 5

Жирнокислотний склад фосфоліпідів, %

| Компонент | Умови знежирення | | | | | |
|-------------------------------|------------------|-------|-------|-------|-------|-------|
| | I | II | III | IV | V | VI |
| Мирістинова (C 14:0) | 0,06 | 0,09 | 0,07 | 0,08 | 0,09 | 0,07 |
| Пентадеканова (C 15:0) | 0,06 | 0,06 | 0,06 | 0,07 | 0,07 | 0,06 |
| Пальмітинова (C 16:0) | 18,30 | 18,49 | 19,10 | 18,42 | 17,81 | 15,79 |
| Пальмітоолеїнова (C 16:1 ω 9) | 0,11 | 0,11 | 0,10 | 0,13 | 0,13 | 0,10 |
| Маргаринава (C 17:0) | 0,20 | 0,22 | 0,21 | 0,21 | 0,20 | 0,18 |
| Стеаринова (C 18:0) | 6,07 | 5,94 | 5,72 | 6,01 | 5,45 | 5,53 |
| Олеїнова (C 18:1 ω 9) | 10,34 | 10,58 | 10,67 | 10,51 | 11,96 | 12,78 |
| Лінолева | | | | | | |
| (C 18:2 ω 6) | 60,15 | 59,29 | 59,17 | 60,05 | 58,94 | 61,64 |
| (C 18:2 ω 4) | 0,12 | 0,13 | 0,13 | 0,14 | 0,14 | 0,15 |
| Арахінова (C 20:0) | 0,41 | 0,43 | 0,42 | 0,42 | 0,57 | 0,39 |
| Гондова (C 20:1 ω 11) | 0,13 | 0,11 | 0,13 | 0,12 | 0,19 | 0,14 |
| Ейкозантрієнова (C 20:3 ω 6) | 0,14 | 0,16 | 0,13 | 0,16 | 0,2 | 0,11 |
| Арахідонова (C 20:4 ω 6) | 0,26 | 0,33 | 0,68 | 0,27 | 0,17 | 0,16 |
| Бегенова (C 22:0) | 1,52 | 1,69 | 1,41 | 1,42 | 1,71 | 1,20 |
| Докозатрієнова (C 22:2) | 0,32 | 0,31 | 0,31 | 0,38 | 0,43 | 0,30 |
| Докозатрієнова (C 22:3 ω 3) | 0,27 | 0,31 | 0,23 | 0,25 | 0,25 | 0,18 |
| Лігноцеринова (C 24:0) | 0,53 | 0,57 | 0,41 | 0,49 | 0,61 | 0,46 |

Оскільки розроблена нами технологія передбачає проведення процесу знежирення фосфатидного концентрату при температурах 50–80 °С, то необхідно оцінити термічний вплив на фосфоліпіди. Для дослідження термічного впливу на фосфоліпіди використані дані ІЧ-спектроскопії зразків фосфоліпідів, одержаних шляхом знежирення фосфатидного концентрату за різних температур. Встановлено, що найбільш активними хімічними центрами в молекулі фосфоліпідів є етиленові зв'язки (ізолювані та спряжені), аміногрупи, фосфатні угруповання, метиленові групи, особливо в α -положенні до подвійного зв'язку, і гідроксильні групи.

Як аналітичні смуги вибрані смуги поглинання валентних коливань С=C неспряжених в цис-конфігурації до подвійного зв'язку ($\nu = 3040\text{--}3010\text{ см}^{-1}$ і $\nu = 1680\text{--}1620\text{ см}^{-1}$); валентні коливання метиленових (CH₂) груп ($\nu = 2853\text{ см}^{-1}$) і деформаційні коливання CH₂ – груп ($\nu = 1465\pm 10\text{ см}^{-1}$); смуги поглинання валентних коливань NH-груп ($\nu = 3500\text{--}3300\text{ см}^{-1}$). Для фосфатного угруповання вибрані смуги поглинання P=O груп ($\nu = 1300\text{--}1200\text{ см}^{-1}$), валентні коливання P–O–C ($\nu = 1070\text{--}1050\text{ см}^{-1}$). Напівкількісну оцінку змін у спектрах фосфоліпідів проводили за зміною інтенсивності вказаних смуг поглинання, віднесених до інтенсивності (оптичної густини) смуги ($\nu = 1170\text{ см}^{-1}$) триплету, характерного для гліцеридної структури в спектрах кожного із фосфоліпідів.

Одержані напівкількісні дані свідчать про те, що з підвищенням температури кількість ізолюваних дієнів зменшується, а спряжених – збільшується. Особливо цей процес помітний при температурі знежирення 80 °С і вище, що вказує на наявність процесу позиційної ізомеризації ізолюваних дієнів (рис. 4).

1 – число С=C неспряжених зв'язків;

Рис. 4. Зміна числа неспряжених і спряжених 2 – число С=C зв'язків в цис-конфігурації; С=C зв'язків, у. о.:

3 – число С=C спряжених зв'язків.

Значні зміни при підвищенні температури знежирення фосфатидного концентрату відбуваються також у фосфатному угрупованні (рис. 5). З підвищенням температури процесу знежирення фосфоліпідів кількість однозарядних груп P–O⁻ збільшується, що свідчить про зростання поляризації у молекулах фосфоліпідів.

Таким чином, термічна дія на фосфоліпіди при знежиренні фосфатидного концентрату ізопропіловим спиртом в діапазоні температур 50–80 °С спрямована перш за все на подвійні зв'язки ацилу лінолевої кислоти і при температурах, близьких до 80 °С, вже помітний процес позиційної ізомеризації. Транс-ізомерів в указаному температурному діапазоні не виявлено.

2 – P=O зв'язані;

Рис. 5. Зміна кількості груп у фосфатному 3 – P–OH;

угрупованні фосфоліпідів, у. о.:

4 – P–O–C в R–O–CO⁻–O⁻;

1 – P=O вільні;

5 – P–O⁻

У шостому розділі «Кінетика окиснення фосфоліпідів соняшникової олії киснем повітря» були здійснені експерименти щодо вивчення дії кисню повітря на фосфоліпідів під час їх одержання та зберігання.

Фосфоліпідів в процесі виділення із фосфатидного концентрату шляхом знежирення, а також при їх зберіганні під дією кисню повітря підлягають окисненню з утворенням гідропероксидів та продуктів їх подальшого перетворення.

За даними проведених досліджень жирнокислотний склад фосфоліпідів подібний до жирнокислотного складу вихідних олій, але має більший сумарний вміст ненасичених кислот, наявність яких у молекулі фосфоліпідів дозволяє стверджувати, що на перших стадіях процес окиснення фосфоліпідів подібний окисненню ліпідів олій, перебігає за участі α -метиленових груп і до нього можна використати ланцюговий вільно-радикальний механізм.

Встановлено, що фосфоліпідів, виділені із фосфатидного концентрату шляхом знежирення його ізопропіловим спиртом, за порівняно низьких температур (50 °C) поглинають кисню більше, ніж фосфоліпідів, отримані при температурах 70–80 °C (рис. 6).

Рис. 6. Залежності кількості гідропероксидів у фосфоліпідів від терміну зберігання:

1 – температура знежирення фосфатидного концентрату 50 °C;

2 – 60 °C;

3 – 70 °C;

4 – 80 °C;

співвідношення фосфатидного концентрату та ізопропілового спирту 1:2 на початковій стадії знежирення, а далі – 1:1

Така різниця у фосфоліпідах в поглинанні кисню залежно від термічних умов знежирення фосфатидного концентрату обумовлена перш за все позиційною ізомеризацією дієнів у спряжені та пов'язане з цим зменшення кількості α -метиленових груп, з яких переважно починається окиснення.

При температурах, близьких до реальних умов зберігання фосфоліпідних продуктів (20–40 °C), була досліджена кінетика накопичення рис. 7 а) та розпаду гідропероксидів рис. 7 б) та визначені швидкості цих реакцій.

Рис. 7. Кінетичні криві накопичення (а) та розпаду (б) перекисних сполук у фосфоліпідах соняшникової олії при різних температурах:

1 – 20 °C; 2 – 25 °C; 3 – 30 °C; 4 – 35 °C; 5 – 40 °C

Одержані кінетичні закономірності свідчать про те, що вказані процеси будуть проходити при порівняно низьких температурах.

У цьому розділі «Дослідно-промислові дослідження технології знежирення фосфатидного концентрату ізопропіловим спиртом і розробка принципової технологічної схеми одержання висококонцентрованих фосфоліпідів» запропоновано схему періодичної дії одержання висококонцентрованих фосфоліпідів із фосфатидного концентрату соняшникової олії (рис. 8).

Екстрагування (знежирення) фосфатидного концентрату проводили при відношенні фосфатидного концентрату до ізопропілового спирту як 1:2 на початковій стадії екстрагування, а далі – 1:1, при температурі 60–70 °C з подальшим охолодженням і декантуванням рідинних фаз.

Фосфатидний концентрат із ємкості 1 насосом 2 подається в реактор з мішалкою 3, в який також із ємкості 4, насосом 5 подається розрахована кількість ізопропілового спирту у відношенні фосфатидного концентрату до ізопропілового спирту 1:2 (вагові частини). Суміш нагрівають до 50 °C протягом 5–10 хв. за інтенсивного перемішування. Потім суміш передається на нутч-фільтр 6. Фільтруючий матеріал – тканина кадрована.

Рис. 9. Технологічна схема одержання висококонцентрованих фосфоліпідів

1 - ємкість фосфатидного концентрату; 2,5 - відцентровий насос; 3 - екстрактор; 4- ємкість ізопропілового спирту; 6 - нутч-фільтр; 7 - ємкість; 8 - аеровібросушарка; 9 - ємкість розчину олії в ізопропіловому спирті; 10 - шестеренчастий насос; 11 - куб колони; 12 - ректифікаційна колона; 13 - теплообмінник; 14 – ємкість; 15,16 - збірники ізопропілового спирту; 18 – конденсатор-відвідник.

----0.1---- готовий продукт; -----0.6----- фосфоліпіди; ----4.5---- пари ПС; ----8.0---- фільтрат (розчин олії в ПС);

Суміш у нутч-фільтрі охолоджують до кімнатної температури; фосфоліпіди у вигляді смолоподібної маси випадають в осад, а фільтрат – розчин олії в ізопропіловому спирті збирається у збірник 7. Осад із нутч-фільтра 6 перевантажують в екстрактор 3, в який із збірника 4 насосом 10 подають розраховану кількість ізопропілового спирту у співвідношенні фосфатидний концентрат та ізопропіловий спирт як 1:1. Суміш нагрівають знову. Потім охолоджують до кімнатної температури, а фільтрат зливають в збірник 7. Цю операцію повторюють ще двічі. Знежирені фосфоліпіди направляють в сушарку 8, де їх висушують під вакуумом у потоці азоту або CO₂ при температурі 35–37 °С.

Розчин ізопропілового спирту з олією із ємкості 7 самопливом направляється в збірник 9, з якого за допомогою насоса 10 подається в куб 11 ректифікаційної колони 12, де здійснюється регенерація ізопропілового спирту. Пари ізопропілового спирту конденсуються в теплообміннику 13 і концентруються у збірнику 15, із якого по мірі його наповнення екстрагент перекачується в збірник 16 за допомогою насоса 17.

Після регенерації ізопропілового спирту в кубі ректифікаційної колони 11 рештки екстрагенту та вологи видаляються вакуумметрично за тиску 0,07–0,08 МПа. Відігнана рідина збирається в збірнику 14.

У результаті дослідно-промислових випробувань була одержана партія (147 кг) висококонцентрованих фосфоліпідів, порівняльна характеристика яких наведена в табл. 6.

Таблиця 6

Характеристика продукції, яка випускається

| Показник | Норма для марки | | | Експериментальний зразок харчового лецитину |
|--|--|-------|-------|---|
| | „А” | „Б” | „В” | |
| Зовнішній вид | сипка порошкоподібна маса без сторонніх включень | | | |
| Запах і смак | ледве помітний специфічний смак та запах олії, що використовується | | | без запаху, без смаку |
| Колір | жовто-коричневий | | | |
| Масова частка вологи, %, не більше | 1,5 | 1,4 | 1,5 | 1,5 |
| Перекисне число виділеної олії, ммоль ^{1/2} О/кг, не більше | 3,0 | 3,0 | 3,0 | 3,6 |
| Перекисне число харчового лецитину, ммоль ^{1/2} О/кг, не більше | - | - | - | 0,3 |
| Кислотне число, мг КОН/г, не більше | 10 | 10 | 10 | 10 |
| Масова частка фосфоліпідів, нерозчинних в етиловому ефірі %, не більше | 0,20 | 0,25 | 0,20 | 0,20 |
| Масова частка фосфатидів, %, не менше | 96,5 | 93,0 | 93,0 | 97,2 |
| pH 1 % – вого водного розчину | 6 – 7 | 6 – 7 | 6 – 7 | 6 – 7 |

За даними Дніпропетровського регіонального державного науково-технічного центру стандартизації і сертифікації та даними токсикологічного і мікробіологічного контролю, який був проведений Інститутом екології та токсикології ім. Л.І. Медведя МОЗ України, отримані висококонцентровані фосфоліпіди відповідали ТУ У 02070758.001–99 «Харчова добавка – лецитин».

Розроблена нами технологія одержання висококонцентрованих фосфоліпідів соняшникової олії з використанням як екстрагенту для знежирення фосфатидного концентрату ізопропілового спирту рекомендована до впровадження у промислове виробництво.

ВИСНОВКИ

1. Розроблена технологія одержання висококонцентрованих фосфоліпідів соняшникової олії, яка заснована на проведенні знежирення фосфатидного концентрату ізопропіловим спиртом при температурах 50–80 °С і низьких співвідношеннях фосфатидного концентрату та ізопропілового спирту. Це дозволило підвищити швидкість екстрагування, скоротити витрати екстрагенту в 5–6 разів, в порівнянні з існуючою технологією, знизити енерговитрати на регенерацію екстрагенту і підвищити якість знежирених фосфоліпідів (харчового лецитину).

2. Встановлено, що доцільним співвідношенням фосфатидного концентрату та ізопропілового спирту є 1:2 на початковій стадії екстрагування, а далі – 1:1; а раціональною температурою слід вважати 60 °С, при якій температурний вплив на фосфоліпіди незначний, а швидкість знежирення залишається високою.

3. Показано, що підвищення температури знежирення фосфатидного концентрату ізопропіловим спиртом до 80 °С призводить до часткової позиційної ізомеризації ізольованих дієнів ацилгліцеридів у спряжені дієни.

4. Виявлено, що у фракційному складі висококонцентрованих фосфоліпідів, одержаних за розробленою технологією, переважають фосфатидилхолін, фосфатидилінозитол і фосфатидиетаноламін. Доведено, що при підвищенні температури екстрагування вміст фосфатидилхоліну зменшується (з 28,2 до 26,8 %), а фосфатидилетаноламіну декілька зростає (з 24,3 до 25,2 %); крім того, вміст вуглеводів з підвищенням температури знежирення знижується, що сприяє одержанню більш чистого харчового лецитину. Встановлено, що у жирнокислотному складі переважають лінолева (59–61 %), олеїнова (10–12%) і пальмітинова (16–19 %) кислоти.

5. Досліджена кінетика окиснення фосфоліпідів і показано, що фосфоліпіди, одержані при більш низьких температурах знежирення фосфатидного концентрату, за вільного контакту з киснем повітря поглинають більше кисню, ніж фосфоліпіди, одержані при більш високих температурах.

6. Уперше вивчено температурний вплив на фосфоліпіди в процесі знежирення фосфатидного концентрату ізопропіловим спиртом і експериментально доведено, що активними центрами в молекулах фосфоліпідів є етиленові зв'язки, аміногрупи, фосфатні угруповання й α -метиленові групи.

7. Встановлено, що термічна дія на фосфоліпіди в разі знежирення фосфатидного концентрату спрямована перш за все на подвійні зв'язки ацилу лінолевої кислоти і вже при 80 °С помітний процес позиційної ізомеризації з утворенням спряжених дієнів. При підвищених температурах, близьких до 80 °С, різко зростає активність фосфатного угруповання і аміногруп. Доведено, що в діапазоні температур екстрагування 50–80 °С транс-ізомери відсутні.

8. Отримані висококонцентровані фосфоліпіди слід віднести до харчового лецитину на підставі даних вмісту у знежирених фосфоліпідах важких металів, а також даних мікробіологічного і токсикологічного контролю.

СПИСОК ОПУБЛІКОВАНИХ ПРАЦЬ ЗА ТЕМОЮ ДИСЕРТАЦІЇ

1. Мельников К.А., Кобзарь М.В. Технология производства лецитина из фосфатидного концентрата подсолнечного масла // Вісник Дніпропетровського державного аграрного університету. – Дніпропетровськ, 2003. – № 2. – С. 62 – 64.

Здобувачем проведено експериментальні дослідження.

2. Мельников К.А., Кобзарь М.В. К вопросу обезжиривания фосфатидного концентрата подсолнечного масла // Масложировая промышленность. – Москва, 2004. – № 4. – С. 18 – 19.

Здобувачем встановлена залежність швидкості екстрагування фосфатидного концентрату ізопропіловим спиртом від температури екстрагування і співвідношення ізопропіловий спирт – фосфатидний концентрат.

3. Мельников К.А., Кобзарь М.В. Технология получения пищевого лецитина из фосфатидного концентрата подсолнечного масла // Вопросы химии и химической технологии. – Днепропетровск, 2004. – № 4. – С. 160 – 164.

Здобувачем досліджений процес дестабілізації фосфоліпідів із розчину фосфатидного концентрату в гексані.

4. Мельников К.А., Кобзарь М.В. Лецитинсодержащая пищевая добавка из фосфатидного концентрата подсолнечного масла // Вопросы химии и химической технологии. – Днепропетровск, 2004. – № 6. – С. 69 – 71.

Здобувачем досліджена кінетика екстрагування фосфатидного концентрату ізопропіловим спиртом.

5. Мельников К.А., Кобзарь М.В. Пищевой лецитин из фосфатидного концентрата подсолнечного масла // Олійно-жировий комплекс. – Дніпропетровськ, 2004. – № 1 (4) квітень. – С. 30.

Здобувачем проведено експериментальні дослідження і узагальнено отримані данні.

6. Мельников К.О., Кобзар М.В. Технологія знежирення фосфатидного концентрату соняшникової олії ізопропіловим спиртом// Вісник Харківського національного технічного університету сільського господарства Мінагрополітики України «Сучасні напрямки технології та механізації процесів переробних і харчових виробництв». – Харків, 2004. – Том 1. – С. 211-218.

Здобувачем отримані дані щодо комплексного складу знежирених фосфоліпідів.

7. Мельников К.О., Кобзар М.В. Характеристика та склад фосфоліпідів соняшникової олії // Вісник Національного технічного університету «ХПІ». – Харків, 2005. – № 14. – С. 99 – 105.

Здобувачем з використанням хроматографічних методів досліджений склад висококонцентрованих фосфоліпідів.

8. Мельников К.А., Кобзарь М.В. Кинетика окисления фосфолипидов подсолнечного масла кислородом воздуха // Новини науки Придніпров'я. – Дніпропетровськ, 2005. – № 3. – С. 55 – 62.

Здобувачем досліджена кінетика окислення фосфоліпідів соняшникової олії киснем повітря.

9. Мельников К.О., Кобзар М.В. Кінетика знежирення фосфатидного концентрату соняшникової олії ізопропіловим спиртом // Вестник Национального технического университета «ХПИ». – Харьков, 2005. – № 25. – С. 137 – 144.

Здобувачем визначено оптимальні технологічні параметри і основні кінетичні константи процесу знежирення фосфатидного концентрату соняшникової олії ізопропіловим спиртом.

10. Пат. 66685 А Україна, МКИ 7 С0 7F9/10. Спосіб виділення лецитину із знежиреного фосфатидного концентрату. Мельников К.О., Кобзар М.В./ Дніпропетровський ордена Трудового Червоного Прапора державний аграрний університет - № 2003098480; Заявл. 15.09.2003; Опубл. 17.05.2004, Бюл. № 5.

11. Пат. 68748 А Україна, МКИ 7 С0 7F9/10. Спосіб виділення фосфоліпідів із фосфатидного концентрату. Мельников К.О., Кобзар М.В./ Дніпропетровський державний аграрний університет - № 2003109412; Заявл. 20.10.2003; Опубл. 16.08.2004, Бюл. № 8.

12. Пат. 70870 А Україна, МКИ 7 С0 7F9/10. Спосіб виділення фосфоліпідів із фосфатидного концентрату. Мельников К.О., Кобзар М.В., Мельников М.М./ Дніпропетровський ордена Трудового Червоного Прапора державний аграрний університет - № 20031213149; Заявл. 30.12.2003; Опубл. 15.10.2004, Бюл. № 10.

13. Мельников К.О., Кобзар М.В. Технологія виділення харчового лецитину із фосфатидного концентрату соняшникової олії // Матеріали II Міжнародної науково-практичної конференції «Динаміка наукових досліджень '2003». – Том 17 «Хімія та хімічні технології». – Дніпропетровськ: Наука і освіта, 2003. – С. 38 – 39.

14. Мельников К.А., Кобзарь М.В. К вопросу дестабилизации фосфолипидов и их выведения из растворов в неполярных растворителях// Матеріали VII Міжнародної науково-практичної

конференції «Наука і освіта '2004». – Том 53 Хімія та хімічні технології. – Дніпропетровськ: Наука і освіта, 2004. – С. 23 – 24.

15. Мельников К.А., Кобзарь М.В. Исследование влияния термического воздействия на свойства лецитинсодержащих материалов// Матеріали III Міжнародної науково-практичної конференції «Динаміка наукових досліджень '2004». – Том 69 Хімія та хімічні технології. – Дніпропетровськ: Наука і освіта, 2004. – С. 33 – 34.

16. Кобзарь М.В. Технология выделения лецитинсодержащих продуктов из фосфатидного концентрата подсолнечного масла// Тези доповідей II Всеукраїнської конференції молодих вчених з актуальних питань хімії, м Дніпропетровськ, 2004. – С. 30.

17. Кинетика экстрагирования фосфатидного концентрата подсолнечного масла изопропиловым спиртом/ Мельников К.А., Лебедь С.Б., Кобзарь М.В., Проскурина Л.А.// 1-а міжнародна науково-практична конференція «Науковий потенціал світу 2004», 1 – 15 листопада 2004 р., м. Дніпропетровськ – С. 31.

18. Кобзарь М.В., Мельников К.О. Фосфоліпіди соняшникової олії// Матеріали VIII Міжнародної науково-практичної конференції «Наука і освіта '2005». – Том 69 Хімія. – Дніпропетровськ: Наука і освіта, 2005. – С. 63 – 64.

19. Мельников К.О., Кобзарь М.В. Технология получения пищевого лецитина // Матеріали IX Міжнародної науково-технічної конференції «Нові технології та технічні рішення в харчовій та переробній промисловості: сьогодні і перспективи». – Частина II. – Київ: НУХТ, 2005. – С. 9 – 10.

20. Кобзарь М.В. Перспективы производства лецитина в Украине // Матеріали IV Международной конференции «Масложировая промышленность – 2005». – Киев, 2005. – С. 42–43.

АНОТАЦІЇ

Кобзарь М.В. Технологія одержання висококонцентрованих фосфоліпідів соняшникової олії. – Рукопис.

Дисертація на здобуття наукового ступеня кандидата технічних наук за спеціальністю 05.18.06 – технологія жирів, ефірних масел і парфумерно-косметичних продуктів. – Дніпропетровський державний аграрний університет Міністерства аграрної політики України, Дніпропетровськ, 2005.

Дисертацію присвячено розробці науково обґрунтованої технології одержання висококонцентрованих фосфоліпідів соняшникової олії.

Досліджено кінетику знежирення фосфатидного концентрату ізопропіловим спиртом та визначено математичну модель цього процесу. Встановлено, що доцільними температурами процесу знежирення є 60 – 70 °С, а співвідношення фосфатидного концентрату та ізопропілового спирту – 1:2 на початковій стадії екстрагування, а далі як 1:1. Визначені кінетичні константи і

отримані кінетичні рівняння, які описують залежність швидкості знежирення фосфатидного концентрату від технологічних факторів.

З використанням тонкошарової та газорідної хроматографії метилових ефірів жирних кислот визначений компонентний і жирнокислотний склад знежирених фосфоліпідів. Склад фосфоліпідів, в основному, представлений фосфатидилхоліном, фосфатидилетаноламіном, фосфатидилсерином і фосфатидними кислотами, а в жирнокислотному складі фосфоліпідів переважають лінолева (59–60 %), олеїнова (10,3–10,7 %), пальмітинова (18,0–19,1%) кислоти.

Досліджено вплив температури на процес знежирення фосфоліпідів і показано, що ця дія спрямована перш за все на угруповування ізольованих дієнів в ацилі лінолевої кислоти в фосфоліпідах.

Досліджена кінетика накопичення та розпаду гідропероксидів в умовах контакту знежирених фосфоліпідів з киснем повітря в процесі їх знежирювання та зберігання; визначена енергія активації процесу розпаду гідропероксидів.

Розроблена і апробована в дослідно-промислових умовах технологія одержання висококонцентрованих фосфоліпідів соняшникової олії та запропонована технологічна схема цього процесу.

Органолептичні і фізико-хімічні показники і дані мікробіологічних та токсикологічних досліджень знежирених фосфоліпідів свідчать про те, що висококонцентровані фосфоліпіди за своїми властивостями відповідають харчовій добавці – лецитин Е 322.

За розробленою технологією на дослідно-промисловій установці отримано 147 кг висококонцентрованих фосфоліпідів.

Ключові слова: фосфатидний концентрат, ізопропіловий спирт, фосфоліпіди, знежирення, кінетика, компонентний та жирнокислотний склад, температурна дія, харчова добавка.

Кобзарь М.В. Технология получения высококонцентрированных фосфолипидов подсолнечного масла. – Рукопись.

Диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 05.18.06 – технология жиров, эфирных масел и парфюмерно-косметических продуктов. – Днепропетровский государственный аграрный университет Министерства аграрной политики Украины, Днепропетровск, 2005.

Диссертация посвящена разработке научно обоснованной технологии получения высококонцентрированных фосфолипидов подсолнечного масла.

Исследована кинетика обезжиривания фосфатидного концентрата изопропиловым спиртом и определена математическая модель этого процесса. Установлено, что целесообразными температурами процесса обезжиривания являются 60 – 70 °С, а соотношение фосфатидного концентрата и изопропилового спирта – 1:2 на начальной стадии экстрагирования, а деле как 1:1. Определены кинетические константы и получены кинетические уравнения, описывающие зависимость скорости обезжиривания фосфатидного концентрата от ряда технологических факторов.

С применением микротонкослойной и газожидкостной хроматографии определен компонентный и жирнокислотный состав высококонцентрированных фосфолипидов. Основными компонентами в фосфолипидах являются, в основном, фосфатидилхолин, фосфатидилэтаноламин, фосфатидилсерин и фосфатидные кислоты, а в жирнокислотном составе фосфолипидов преобладают линолевая (59 – 60 %), олеиновая (10,3 – 10,7 %) и пальмитиновая (18,0 – 19,1%) кислоты.

Исследовано влияние температуры на процесс обезжиривания фосфолипидов и показано, что это влияние направлено, прежде всего, на группировки изолированных диенов в ациле линолевой кислоты в фосфолипидах.

Исследована кинетика накопления и распада гидропероксидов в условиях контакта обезжиренных фосфолипидов с кислородом воздуха в процессе их обезжиривания и хранения; определена энергия активации процесса распада гидропероксидов.

Разработана и опробована в опытно-промышленных условиях технология получения высококонцентрированных фосфолипидов подсолнечного масла и предложена технологическая схема этого процесса.

Органолептические и физико-химические показатели и данные микробиологических и токсикологических исследований обезжиренных фосфолипидов свидетельствуют о том, что высококонцентрированные фосфолипиды по своим качествам соответствуют пищевой добавке – лецитин Е 322.

По разработанной технологии на опытно-промышленной установке получено 147 кг высококонцентрированных фосфолипидов.

Ключевые слова: фосфатидный концентрат, изопропиловый спирт, фосфолипиды, обезжиривание, кинетика, компонентный и жирнокислотный состав, температурное действие, пищевая добавка.

Kobzar M. V. The technology of ion of the high-concentration phospholipids of sunflower oil obtaining. - the Manuscript.

Thesis for a scientific degree of the candidate of a of technical science on a specialty 05.18.06 – Technology of Fats, Essential Oils and Perfumery-cosmetic Products. Dnipropetrovsk State Agrarian University of the Ministry of agrarian Policy of Ukraine, Dnipropetrovsk, 2005.

The thesis devoted to development of the scientifically proved technology of high-concentration phospholipids of sunflower oil obtaining. Kinetics of phosphatide concentrate degreasing by isopropyl alcohol is investigated and the mathematical model of this process is defined. It is established, that degreasing process optimum temperatures are 60 – 70 °C, and optimum phosphatide concentrate and isopropyl alcohol parity is 1:2 at an initial stage of extraction, and then 1:1. Kinetic constants are defined and the kinetic equations describing dependence of speed of degreasing phosphatide concentrate are received.

Componential and structure composition of phospholipids is defined with application of thin-layer and gas-liquid chromatography. The basic components in phospholipids are basically phosphatidylcholine, phosphatidylethanolamine, phosphatidylserine and phosphatic acids, and linoleic (59-60 %), oleic (10,3-10,7 %) and palmitic (18,0-19,1 %) acids prevail in fat-acid's structure of phospholipids.

Temperature influence on process of degreasing phospholipids is investigated and it is shown, that this influence is directed first of all on isolated dyen groups in linoleic acid acid in phospholipids.

Kinetics of accumulation and disintegration hydroperoxygens in conditions of skim phospholipids and air oxygen contact during their degreasing and storage is investigated; energy of activation of disintegration process is defined. Conditions of storage phospholipid's products were allowed to prove.

The technology of reception of high-concentration phospholipids of sunflower oil is developed and tested in trial-industrial conditions and the technological scheme of this process is offered. Physical-chemical parameters and data microbiological and toxicological researches degreased phospholipids testify that the high-concentration phospholipids on their qualities correspond to the food additive - lecithin E 322.

147 kg the high-concentration phospholipids are received on the trial installation on the developed technology.

Keywords: phosphatide concentrate, isopropyl alcohol, phospholipids, degreasing, kinetic, componential and fat-acid's structure, thermal influence, the food additive.