

На правах рукописи



Горемыкина Наталья Владимировна

**ОБОСНОВАНИЕ ТЕХНОЛОГИИ И МЕТОДА ИДЕНТИФИКАЦИИ
ОБЛЕПИХОВОГО МАСЛА И ТОВАРОВЕДНАЯ ОЦЕНКА
ПРОДУКТОВ НА ЕГО ОСНОВЕ**

Специальность 05.18.15 – Технология и товароведение пищевых продуктов
и функционального и специализированного назначения
и общественного питания

АВТОРЕФЕРАТ
диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Бийск - 2016

Работа выполнена на кафедре общей химии и экспертизы товаров
в Бийском технологическом институте (филиале) ФГБОУ ВО «Алтайский государственный
технический университет им. И.И. Ползунова»

- Научный руководитель:** доктор химических наук, профессор
Верещагин Александр Леонидович (Россия),
заведующий кафедрой общей химии
и экспертизы товаров Бийского технологического инсти-
тута (филиала) ФГБОУ ВО «Алтайский государственный
технический университет им. И.И. Ползунова»
- Официальные оппоненты:** доктор технических наук, доцент
Губаненко Галина Александровна (Россия),
доцент кафедры технологии и организации общественно-
го питания ФГАОУ ВО «Сибирский федеральный уни-
верситет», г. Красноярск
- кандидат технических наук, доцент
Степанова Елена Николаевна (Россия),
профессор кафедры товароведения и экспертизы товаров
ЧОУ ВО Центросоюза РФ «Сибирский университет по-
требительской кооперации», г. Новосибирск.
- Ведущая организация:** ФГБОУ ВО «Кемеровский технологический институт
пищевой промышленности (университет)», г. Кемерово

Защита диссертации состоится 3 декабря 2016 г. в 14:00 на заседании диссертацион-
ного совета Д 212.287.02 при ФГБОУ ВО «Уральский государственный экономический уни-
верситет» по адресу: 620144, г. Екатеринбург, ул. 8 Марта/Народной Воли, 62/45, ФГБОУ ВО
«Уральский государственный экономический университет», зал диссертационных советов
(ауд. 150).

Отзывы на автореферат, заверенные гербовой печатью, просим направлять по адресу:
620144, г. Екатеринбург, ул. 8 Марта/Народной Воли, 62/45, ФГБОУ ВО «Уральский государ-
ственный экономический университет», ученому секретарю диссертационного совета
Д 212.287.02. Факс (343) 257-71-47.

С диссертацией можно ознакомиться в научной библиотеке ФГБОУ ВО «Уральский
государственный экономический университет». Автореферат размещен на официальном сай-
те В А К Министерства образования и науки РФ: <http://vak.ed.gov.ru> и на сайте ФГБОУ ВО
«Уральский государственный экономический университет»: <http://science.usue.ru>.

Автореферат разослан октября 2016 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета,
кандидат технических наук



О. В. Феофилактова

Общая характеристика работы

Актуальность работы. Обеспечение населения высококачественными и сбалансированными продуктами питания является приоритетным направлением политики Правительства РФ. В связи с этим возникает вопрос поиска новых перспективных методов определения биологически активных веществ в местном растительном сырье.

Облепиха крушиновидная (*Hipporhae rhamnoides L.*) интересна своим уникальным химическим составом. Наиболее ценным продуктом ее переработки является облепиховое масло, широко применяемое в медицине благодаря уникальному составу триглицеридов.

Основным показателем качества концентрата облепихового масла считают «Содержание каротиноидов» не менее 300 мг %. Наряду с этим, подлинность концентрата должна быть подтверждена определенным жирно-кислотным составом, однако действующий метод газовой хроматографии (ГХ) основан на разрушении триглицеридов на отдельные жирные кислоты, что не дает возможности определить первоначальный состав глицеридов облепихового масла.

В промышленном масштабе основным критерием характеристики метода является выход продукта. Биологическая активность, обусловленная составом триглицеридов, как критерий выбора оптимального метода изучена недостаточно. Также мало изучен глицеридный состав облепихового масла, выделенного из разных частей растения, что представляет интерес для идентификации масла различного происхождения.

Критическими показателями безопасности облепихового масла являются перекисное и кислотные числа, поэтому с целью понижения кислотности распространен способ фальсификации концентрата облепихового масла путем разбавления его подсолнечным маслом. Действующая в настоящее время нормативная документация не позволяет идентифицировать данный фальсифицированный продукт.

Биологически активные вещества облепихового масла – триглицериды, разрушаются при воздействии температур и технологических операций. Поэтому «доставка» в организм облепихового масла с максимально сохраненной биологической активностью в составе доступных продуктов функционального питания представляет интерес для исследования.

Таким образом, разработка новых технологий, методов выявления фальсификации концентрата облепихового масла и разработка новых продуктов с максимальной биологической активностью являются приоритетной задачей пищевой промышленности, так как определение состава триглицеридов позволит получить достоверную информацию о биологической активности облепихового масла. Учитывая значение продуктов из облепихи в реализации государственной политики Российской Федерации в области здорового питания и отсутствие научно-практического обоснования введения триглицеридов различного состава в продукты функциональной направленности, тема исследования представляется актуальной.

Степень разработанности темы исследования. Изучением состава облепихового масла и продуктов на его основе с целью стандартизации занимались многие авторы (Пантелеева Е.И., Хабаров С.Н., Зубарев Ю.А., Кошелев Ю.А., Верещагин А.Г., Цыдендембаев В.Д., Типсина Н.Н, Терещук Л.В., Дейнека В.И., Зинченко А.А., Миронов В.А., Рудаков А.Б., Рабаданов Г.А., Эйдельмант А.С., Mörsel. J-T, Yang B, Kallio H., Singh V. и др.). Ими рассмотрены основные подходы к изучению состава масла облепихи и к разработке продуктов функционального назначения.

Цель и задачи работы. Целью работы является разработка и апробация технологии, метода идентификации концентрата облепихового масла и товароведная оценка продуктов на его основе.

Для достижения цели поставлены следующие задачи:

- изучить возможность применения новых методов ДСК (дифференциальной сканирующей калориметрии) и ГЖХ (газо-жидкостной хроматографии) для определения подлинности и изучения состава концентрата облепихового масла. Разработать и валидировать метод ГЖХ для определения состава триглицеридов в концентрате облепихового масла;

- исследовать влияние технологии выделения, состава исходного сырья и способа удаления экстрагента на состав глицеридов концентрата облепихового масла;

- разработать рецептуры драже на основе концентрата облепихового масла, дать товароведную характеристику новых продуктов в течение срока годности, определить регламентируемые показатели;

- разработать и утвердить НТД на концентрат облепихового масла, новые виды драже, провести апробацию рецептур и технологий в условиях промышленного производства.

Научная новизна:

- разработана и апробирована экспресс-методика определения состава триглицеридов в концентрате облепихового масла методом высокотемпературной ГЖХ, исключающая предварительную пробоподготовку и позволяющая сократить время испытаний в 2 раза (п.9 паспорта специальности ВАК 05.18.15);

- установлено влияние технологии выделения и состава исходного сырья на глицеридный состав концентрата облепихового масла. По содержанию трипальмитолеина методы выделения располагаются в порядке: ферментативный гидролиз (41,06 %) > центрифугирование (36,67%) > экстракция (31,28 %); источники сырья располагаются в следующем порядке: кожура (32,9 %) > жом (29,1 %) > листья (18,8 %) > семена (8,58 %) > почки (1,5 %) (п.10 паспорта специальности ВАК 05.18.15);

- предложена усовершенствованная технология производства концентрата облепихового масла, обеспечивающие получение продукта с увеличенным сроком годности (п.5 паспорта специальности ВАК 05.18.15);

- научно обоснованы рецептуры и технология производства драже – витаминизированного «Виталайф «Облепишка» и мягкого в капсулах «Облепиховое масло», позволяющие обеспечить высокие потребительские свойства, безопас-

ность и функциональную направленность драже (п.11 паспорта специальности ВАК 05.18.15).

Теоретическая и практическая значимость работы. Теоретическая значимость заключается в обосновании использования нового экспресс-метода определения триглицеридов жирных кислот в концентрате облепихового масла по сравнению с действующей методикой, отличающейся длительной пробоподготовкой и новой технологии с использованием азота на стадии удаления экстрагента.

Результаты научной работы внедрены в производство на ЗАО «Алтайвитамины», г. Бийск. Полученная информация о составе триглицеридов концентрата облепихового масла применяется, как дополнительный показатель качества и включена в методику «Определение состава триглицеридов облепихового масла концентрата». Достоверность методики подтверждена протоколом валидации РV-М-ОКК.Ан-Мс-615. Определены регламентируемые параметры производства концентрата облепихового масла, положенные в основу технологической инструкции и ТУ 9141-122-05783969-2016 «Масло облепиховое концентрат «Экстра».

Разработаны технические условия на концентрат масла облепихового (ТУ 9141-121-05783969-2016 «Масло облепиховое концентрат из разных частей растения», ТУ 9141-123-05783969-2016 «Масло облепиховое концентрат, полученный по разной технологии (экстракцией, центрифугированием и ферментативным гидролизом)», ТУ 9141-124-05783969-2016 «Драже витаминизированное «Виталайф «Облепишка» и ТУ 9141-125-05783969-2016 «Драже мягкое в капсулах «Облепиховое масло», в которых установлены регламентируемые показатели качества для проведения комплексной товароведной оценки драже.

Результаты научной работы используются в учебном процессе на кафедре общей химии и экспертизы товаров в Бийском технологическом институте (филиале) ФГБОУ ВО «Алтайского государственного технического университета им. И.И. Ползунова» при обучении студентов по направлениям «Товароведение», «Продукты переработки растительного сырья» и «Биотехнология».

Методология и методы исследования

Методологической основой диссертации являются труды отечественных и зарубежных ученых по вопросам обоснования технологии, оценки качества облепихового масла и разработки пищевых продуктов функциональной направленности на его основе.

Положения, выносимые на защиту:

- теоретическое и практическое обоснование возможности идентификации концентрата облепихового масла и его смесей с подсолнечным маслом методом дифференциальной сканирующей калориметрии;
- методика идентификации моно-, ди-, триглицеридных комплексов облепихового масла концентрата и его смесей методом ГЖХ;
- подтверждение влияния технологии выделения и состава исходного сырья на триглицеридный состав концентрата облепихового масла и усовершенствование технологии производства концентрата облепихового масла;
- способ увеличения срока годности концентрата облепихового масла за счет применения азота на стадии удаления экстрагента;

- рецептуры и технология производства драже с концентратом облепихового масла.

Степень достоверности и апробация работы.

Основные результаты исследований представлялись и обсуждались на научных конференциях различного уровня, в том числе: VIII международная научно-практическая конференция «Аграрная наука – сельскому хозяйству» (Барнаул, 2013), X Международная научно-практическая конференция «Пища. Экология. Качество» (Краснообск, 2013), Всероссийская научно-практическая конференция «Товарный консалтинг и аудит потребительского рынка» (Бийск, 2014, 2016), Всероссийская научно-практическая конференция студентов, аспирантов и молодых ученых с международным участием «Технологии и оборудование химической, биотехнологической и пищевой промышленности» (Бийск, 2015), Международная конференция ассоциации по облепихе «Облепиха - новые технологии для охраны здоровья и окружающей среды» (Индия, Нью-Дели, 2015), XI международная научно-практическая конференция «Аграрная наука – сельскому хозяйству» (Барнаул, 2016)

Публикации. По материалам диссертационной работы опубликовано 14 печатных работ, в том числе 6 – в рецензируемых изданиях, рекомендованных ВАК РФ.

Структура и объем работы. Диссертационная работа изложена на 147 страницах машинописного текста, состоит из введения, 5 глав, заключения, списка литературы и приложений; включает 40 таблиц и 26 рисунков. Список литературы составляет 185 источников.

Содержание диссертационной работы

Во *введении* обоснована актуальность темы диссертации, сформулированы цель и задачи исследования, раскрыта научная новизна, дана характеристика научной и практической ценности работы.

В *первой главе* проанализированы литературные данные о технологиях производства облепихового масла концентрата, методах определения триглицеридного состава масел и информация о жирнокислотном и триглицеридном составе облепихового масла, полученная различными авторами. Проведен анализ товарного предложения продуктов на основе облепихи.

Во *второй главе* описана организация эксперимента, объекты и методы исследования. Общая схема эксперимента представлена на рисунке 1.

На этапе анализа литературных данных обоснована целесообразность разработки новых технологий, продуктов и методов на основе характеристик глицеридного состава облепихового масла.

На втором этапе изучена возможность применения метода дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК) для исследования глицеридного состава облепихового масла концентрата и его смесей с подсолнечным маслом. Получена библиотека спектров ДСК. Оценены преимущества и недостатки метода ДСК. Разработан метод ГЖХ для определения глицеридного состава концентрата облепихового масла. Подобрано оборудование, определены условия эксперимента, проведена апробация и валидация метода. Исследованы образцы концентратов

облепихового масла различных производителей, изучено влияние технологии выделения и сырья и проведена идентификация смесей облепихового и подсолнечного масел по глицеридному составу.

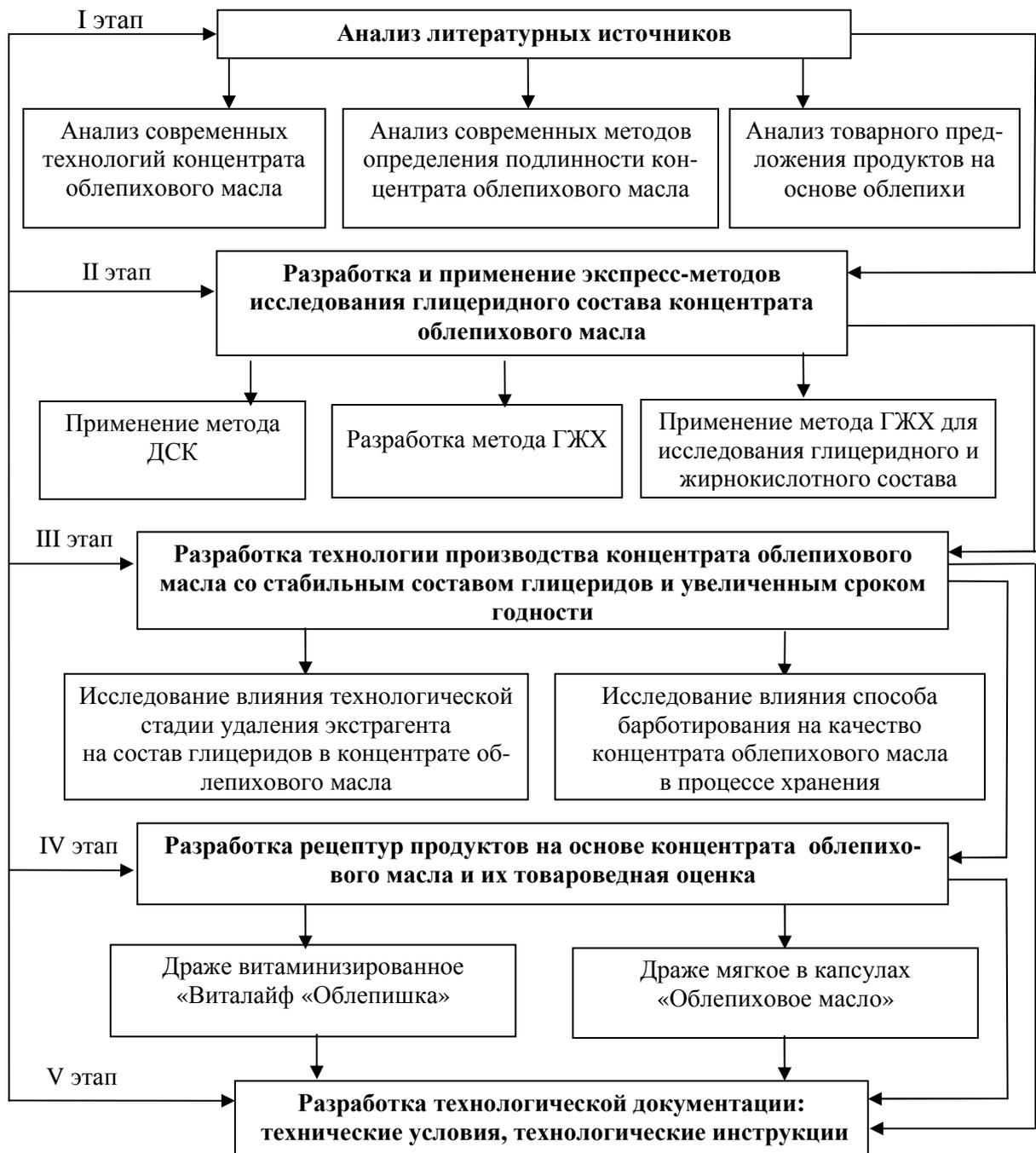


Рисунок 1 – Схема эксперимента

На третьем этапе на основе принципов ХАССП для применяемой на ЗАО «Алтайвитамины» технологии производства концентрата облепихового масла определено, что стадия удаления остаточного хладона-22 из масла концентрата является критической и требует изменений в технологии. Разработаны основные технологические приемы, изучено изменение качественных характеристик концентрата облепихового масла в зависимости от использования на стадии «барботирования» азота или воздуха. Для исследования влияния азота и воздуха прове-

дены испытания по стабильности полученных концентратов физико-химическими и микробиологическими методами.

На четвертом этапе разработаны рецептуры продуктов на основе концентрата облепихового масла: драже витаминизированное «Виталайф «Облепишка»; драже мягкое в капсулах «Облепиховое масло». В качестве основополагающих показателей качества определены регламентируемые действующими НД показатели качества драже, а также содержание БАВ, обуславливающих функциональное назначение.

На завершающем этапе была разработана техническая документация на полуфабрикат – концентрат облепихового масла с улучшенными показателями качества и увеличенным сроком годности, и готовые продукты – драже витаминизированное «Виталайф «Облепишка» и драже мягкое в капсулах «Облепиховое масло». Документация включает в себя технологические инструкции, технологические условия, аналитическую методику.

Объекты исследования:

- ягоды облепихи сорта «Чуйская», собранные на промышленных плантациях Государственного научного учреждения «Научно-исследовательский институт садоводства имени М.А. Лисавенко» Россельхозакадемии в 2012 и 2013 гг.;
- промышленные и лабораторные образцы концентратов облепихового масла;
- лабораторные и производственные образцы разработанных продуктов: драже витаминизированное «Виталайф «Облепишка» и драже мягкое в капсулах «Облепиховое масло».

В *третьей главе* приведены данные исследования состава триглицеридов концентрата облепихового масла как новой качественной характеристики для определения подлинности облепихового масла.

Оценка возможности использования метода ДСК. Обнаружено, что формы кривых ДСК индивидуальны, но для всех образцов концентрата облепихового масла характерен пик около 0 °С, что может служить критерием идентификации облепихового масла. Кривые ДСК представлены на рисунке 2.

Наряду с этим отмечено, что индивидуальность кривых плавления концентратов облепихового масла связана с влиянием технологии производства и используемым сырьем. Экспериментальными данными установлено, что существует прямая

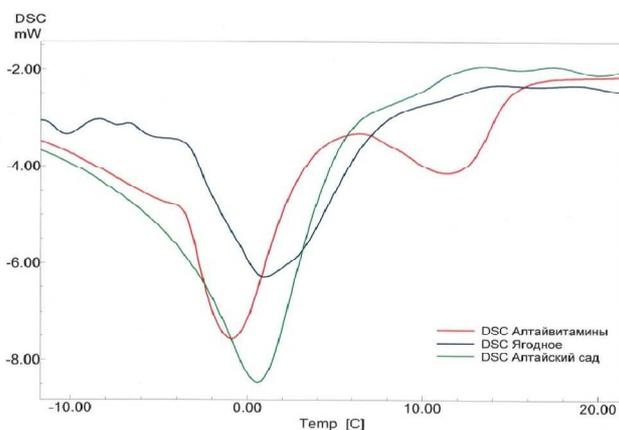


Рисунок 2 - Кривые ДСК концентратов облепихового масла различных производителей Алтайского края

зависимость температуры плавления смеси облепихового и подсолнечного масел от количественного содержания облепихового масла в смеси. По мере понижения его массовой доли в смеси повышается температура плавления. Проведенные исследования свидетельствуют, что метод ДСК может быть использован для анализа концентрата облепихового масла и его смесей. Однако данный метод требует создания библиотеки спектров и может быть использован

только как качественная характеристика.

Разработка экспресс-метода ГЖХ для определения состава триглицеридов. Был использован газовый хроматограф Shimadzu GC-2010 plus и высокотемпературная колонка SE-30. Экспериментальным путем были определены режимы программирования температуры: начальная температура от 60⁰С до 200⁰С, конечная температура от 300 до 380⁰С. Образцы для анализа готовили по следующей методике: 0,02 г масла растворяли в 5 см³ гексана; 0,0002 см³ полученного раствора вкалывали в испаритель.

Результаты по глицеридному составу интерпретировали как компоненты, совпадающие по времени удерживания со стандартными веществами. Для подтверждения воспроизводимости и достоверности разработанной методики проведена валидация метода. Проанализировав полученные данные, сделан вывод о возможности использования прямого метода определения триглицеридного состава облепихового масла концентрата.

Применение экспресс-метода ГЖХ для определения состава триглицеридов. Сравнительный анализ данных количественного содержания трипальмитина и трипальмитолеина по разработанному методу и соответствующим им жирных кислот – пальмитиновой и пальмитолеиновой методом по ГОСТ 30418-96 представлен в таблице 1.

Таблица 1 – Содержание триглицеридов и жирных кислот в образцах облепихового масла различных производителей

Глицерид или кислота, %	Масло облепиховое (100 %)					
	ООО «Ягодное»	ООО «Янтарное»	ЗАО «Алтайвитамины»	ООО «Алсу»	ООО «Алтайский сад»	ООО «Сава»
Трипальмитин	38,46± 0,40	43,56± 0,40	38,16± 0,40	32,47± 0,33	33,39± 0,50	44,70± 0,67
Пальмитиновая	36,11± 0,54	34,52± 0,52	36,65± 0,55	24,51± 0,37	31,15± 0,47	34,83± 0,52
Трипальмитолеин	32,34± 0,48	35,14± 0,5	31,28 ± 0,5	28,63± 0,43	29,06± 0,43	36,67± 0,55
Пальмитолеиновая	35,98± 0,54	34,57± 0,52	34,45± 0,52	22,38± 0,33	30,83± 0,46	35,33± 0,53

Таким образом, сделан вывод о том, что состав глицеридов разных производителей Алтайского края отличается. Для исследования причин выявленных отличий на следующем этапе работы было рассмотрено влияние способа выделения концентрата облепихового масла. Исследовали образцы концентрата облепихового масла, полученные разными способами: экстракцией дифторхлорметаном (хладон-22), ферментативным гидролизом и центрифугированием. Данные представлены в таблице 2.

Таблица 2 – Содержание триглицеридов и жирных кислот в образцах облепихового масла различных методов выделения

Глицерид или кислота, %	Масло облепиховое (100 %)		
	экстракция	центрифугирование	ферментативный гидролиз
Трипальмитин	38,16 ±0,50	44,70±0,50	44,37 ±0,50
Пальмитиновая	36,65±0,50	34,83±0,50	23,34±0,50
Трипальмитолеин	31,28 ±0,50	36,67 ±0,50	41,06 ±0,50
Пальмитолеиновая	34,45±0,50	35,33±0,50	19,84±0,50

Отмечено, что в концентратах облепихового масла, полученного экстракцией, количества трипальмитина (38,16 %) и пальмитиновой кислоты (36,65 %), трипальмитолеина (31,28 %) и пальмитолеиновой кислоты (34,45 %) близки друг к другу. При выделении концентрата центрифугированием, а особенно ферментативным гидролизом подобной аналогии не наблюдается. Таким образом, сделан вывод о том, что метод выделения влияет на состав триглицеридов облепихового масла.

Для исследования влияния исходного сырья на глицеридный состав масла были взяты образцы облепихового масла, полученные методом экстракции дифторхлорметаном (хладом-22), из различных частей облепихи. В полученных образцах исследовали глицеридный состав по разработанному методу и жирно-кислотный состав по стандартному методу.

Таблица 3 – Содержание триглицеридов и жирных кислот в образцах облепихового масла из разных частей растения

Глицерид или кислота, %	Масло облепиховое (100 %)				
	кожура	жом	семена	почки	листья
Трипальмитин	35,75±0,53	34,72±0,52	8,54±0,17	6,90±0,10	30,04±0,03
Пальмитиновая	35,01±0,53	36,65±0,55	10,8±0,22	9,61±0,19	20,83±0,31
Трипальмитолеин	32,90±0,49	29,11±0,44	8,58±0,17	1,46±0,02	18,84±0,28
Пальмитолеиновая	31,66±0,47	34,45±0,51	2,58±0,13	0,50±0,1	23,42±0,35

Сравнительный анализ данных количественного состава триглицеридов – трипальмитина и трипальмитолеина и соответствующим им жирных кислот – пальмитиновой и пальмитолеиновой представлен в таблице 3.

Установлено, что для масла из кожуры, жома и листьев характерно высокое содержание трипальмитина от 30 до 35 %, а в масле из семян и почек содержание трипальмитина значительно меньше от 6,9 до 3,8 %. Масло из семян облепихи отличается от других образцов высоким содержанием триолеина 49 %.

В результате сравнительного анализа данных количественного содержания триглицеридов и соответствующих им жирных кислот, было установлено, что содержания триглицеридов и соответствующих им жирных кислот близки по значениям. Отличие данных в образцах масла из семян и почек, что можно объяснить присутствием пальмитиновой кислоты в виде моно- и ди- глицеридов.

Идентификация смесей облепихового и подсолнечного масла. Для исследования были приготовлены смеси облепихового и подсолнечного масла различной концентрации. В полученных образцах определяли глицеридный и жирнокислотный составы разработанным методом ГЖХ (рисунок 3).

Показано, что содержание жирных кислот в образцах подтверждает динамику изменений содержания триглицеридов в смесях, т.е. содержание пальмитиновой и пальмитолеиновой кислот уменьшается до 0,12 и 1,75 % соответственно с понижением концентрации облепихового масла в смеси, а содержание олеиновой и линолевой кислот увеличивается до 22,89 и 71,35% соответственно. На основании проведенных исследований сделан вывод о том, что разработанный метод может быть использован для идентификации смесей концентрата облепихового масла с подсолнечным маслом.

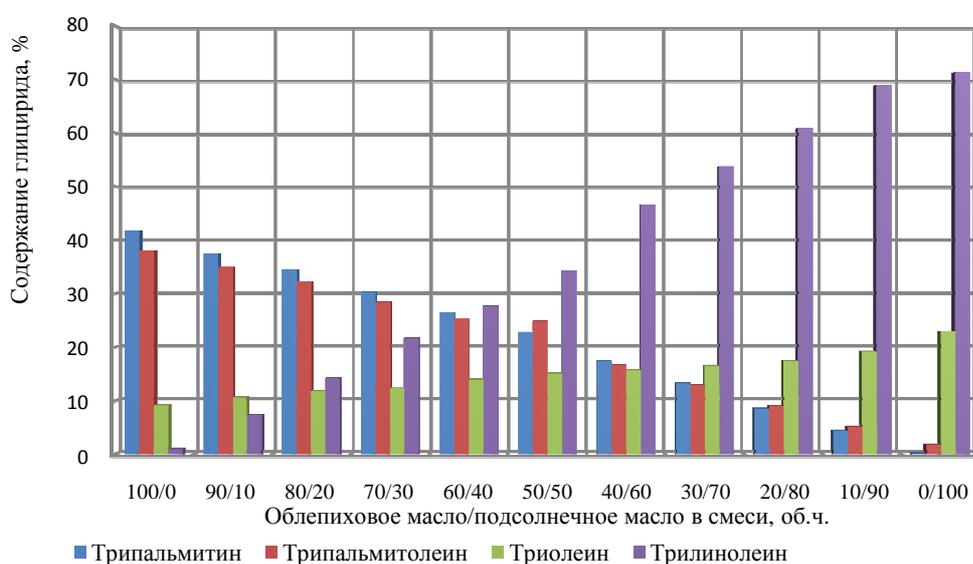


Рисунок 3 – Динамика изменений содержания глицеридов в смесях концентрата облепихового масла с подсолнечным маслом

В *четвертой главе* описано совершенствование технологии производства концентрата облепихового масла.

Выявление критической стадии в процессе производства. По действующей технологии на стадии удаления экстрагента предусмотрено использование воздуха, что стимулирует процессы окисления и ухудшает качество концентрата масла облепихового по показателям кислотное и перекисное число, содержание каротиноидов. Был проведен анализ рисков технологии производства концентрата облепихового масла на основе принципов ХАСПП, который позволил определить, что стадия удаления остаточного хладона-22 из масла концентрата является критической и требует изменений в технологии.

Разработка технологической стадии удаления экстрагента. Отличительной характеристикой новой технологии является использование азота на этапе барботирования облепихового масла концентрата. Барботер обогревают до температуры от 40 до 45⁰С, закачивают масло концентрат из сборников в барботер с помощью вакуума, одновременно фильтруя через фильтровальную ткань, в количестве от 40 до 50 кг. Барботирование ведут азотом от 1,5 до 2 часов. Азот подается с азотной станции фармакопейного качества.

Масло концентрат сливают в чистые фляги и взвешивают. Отбирают пробу для анализа на содержание хладона-22. При получении положительных результатов масло концентрат подают на операцию купажирования. В случае завышенного содержания хладона в концентрате операцию удаления хладона повторяют.

Исследование влияния технологической стадии удаления экстрагента на качество облепихового масла концентрата. Для изучения влияния технологической стадии удаления экстрагента образцы масла облепихового концентрата были «отобраны» на стадии «до барботирования» и в лабораторных условиях было осуществлено моделирование стадии удаления хладона-22 воздухом и азотом.

В полученных образцах облепихового масла концентрата исследовали состав триглицеридов по новой методике и критические показатели качества. Результаты представлены в таблице 4.

Таблица – 4 Сравнительная оценка разных способов барботирования облепихового масла концентрата по критическим показателям

Показатель	Норма	Способ барботирования	
		воздухом	азотом
Кислотное число	Не более 13,0	9,1	7,3
Перекисное число, моль/кг ½ O	Не более 15,0	9,99	8,26
Количественное определение – содержание суммы каротиноидов (в пересчете на β-каротин), мг/%	Не менее 300	452,2	469,5
Содержание трипальмитина, %	Не менее 40,0	45,33	47,54
Содержание трипальмитолеина, %	Не менее 35,0	34,49	36,23

Установлено, что после замены воздуха на стадии барботирования азотом показатели окислительной порчи (кислотное и перекисное числа) ниже, а содержание каротиноидов, трипальмитина и трипальмитолеина выше. Таким образом, преимущества использования азота перед воздухом на стадии барботирования заключаются в следующем:

- не изменяется глицеридный состав облепихового масла концентрата;
- полученный продукт обладает лучшими качественными характеристиками.

Влияния метода удаления экстрагента на сохраняемость концентрата облепихового масла.

Изначально высокая кислотность ягоды инициирует процессы окисления в масле, снижая его качественные характеристики и ограничивая область его применения. Очевидно, что при выделении масла необходимо подбирать такие технологии и условия, которые бы позволяли получать качественный препарат, максимально долго сохраняющий свои характеристики.

Для исследования влияния замены воздуха на азот на стадии барботирования на сохраняемость облепихового масла концентрата была изготовлена серия образцов: образцы, изготовленные по действующей технологии (серии 10114, 20114, 30114); образцы, изготовленные по новой технологии (серии 40114, 50214, 60214).

В течение 1 года и 6 месяцев проводилась оценка по показателям качества. Динамика критического показателя (кислотное число) представлена на рисунке 4.

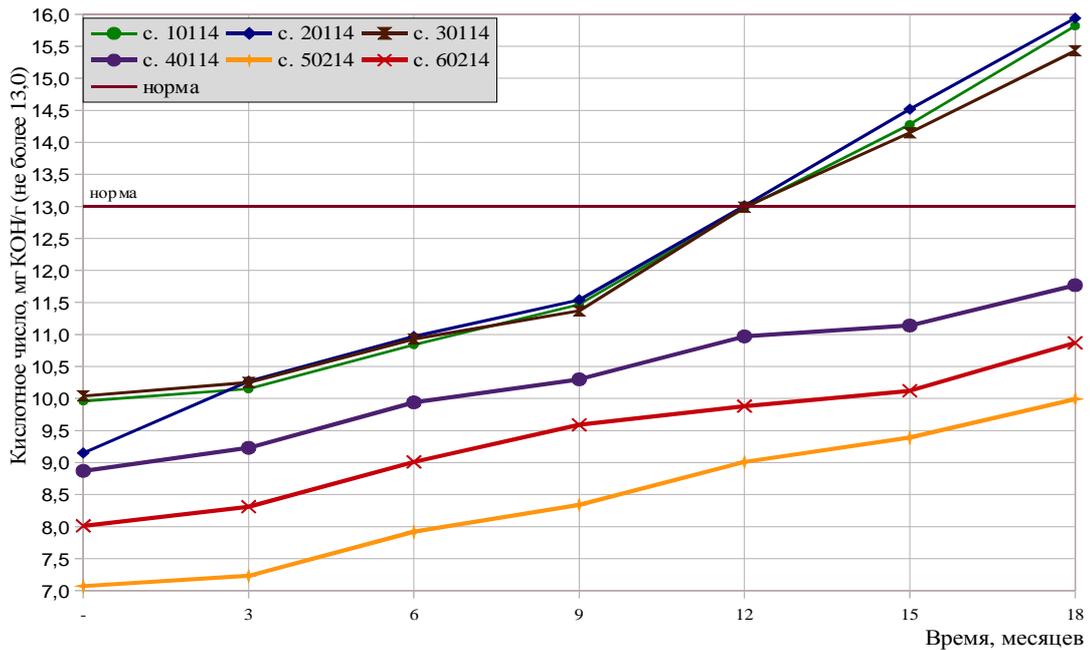


Рисунок 4 – Изменение кислотного числа концентрата облепихового масла в процессе хранения

Как показывают данные, скорость роста кислотного числа масла концентрата, полученного при барботировании воздухом, более чем в два раза превышает скорость роста кислотного числа масла, полученного при барботировании азотом. По показателю кислотного числа образцы, полученные по старой технологии, по истечении года хранения выходят за пределы допустимой нормы.

Таким образом, замена воздуха на азот способствует увеличению сохранности концентрата облепихового масла – все контролируемые показатели остаются в пределах нормы при хранении в течение полутора лет.

В *пятой главе* на основании результатов собственных исследований и с учетом потребностей регионального рынка научно обоснованы и разработаны рецептуры продуктов на основе концентрата облепихового масла: драже витаминизированное «Виталайф «Облепишка»; драже мягкое в капсулах «Облепиховое масло». Подбор ингредиентов рецептуры драже осуществлялся на основе анализа химического состава ягод облепихи и полученного из него концентрата, необходимых для данной формы продукта технологических добавок с учетом предъявляемых требований по качеству и безопасности.

При производстве драже витаминизированного «Виталайф «Облепишка» за основу взята классическая (традиционная) технология производства витаминизированного драже, особенностью которой является добавление концентрата облепихового масла в сахаро-паточный сироп для окрашивания на этапе накатки полуфабриката драже в котле дражировочном.

Основу драже мягкого в капсулах «Облепиховое масло» составляет мягкая желатиновая капсула, заполненная однородной маслянистой жидкостью из концентрата масла облепихового с добавлением подсолнечного рафинированного масла, с последующей накаткой оболочки из сахарной пудры для улучшения органолептических свойств.

Проведенная комплексная товароведная оценка новых продуктов подтвердила их соответствие требованиям ГОСТ 7060-79 и ТР ТС O21/2011. Результаты представлены в таблицах 5 и 6.

Таблица 5 – Органолептические показатели драже витаминизированного «Виталайф «Облепишка»

Показатель	Контрольный образец	Вариант 1	Вариант 2	Вариант 3
Форма	Правильная, сферическая			
Внешний вид	Поверхность ровная, гладкая, блестящая			
Цвет	Желто-оранжевый			
Вкус	Выраженный пло- довый (облепихо- вый), достаточно кислый, послевку- сие непродолжи- тельное, кислое, без постороннего привкуса	Приятный, в меру сладкий, с легкой кис- линкой, вы- раженный плодовый (об- лепиховый), без посторон- него привкуса	Выраженный пло- довый (облепихо- вый), достаточно кислый, послевку- сие непродолжи- тельное, кислое, без постороннего привкуса	Выраженный плодовый (обле- пиховый), из- лишне кислый, послевкусие продолжитель- ное, кислое, без постороннего привкуса
Аромат	Слабовыраженный плодовый	Выраженный, плодовый, приятный, свежий		
Дегустацион- ный балл	23,5	30	27	25

Таблица 6 – Органолептические драже мягкого в капсулах «Облепиховое масло»

Показатель	Контрольный образец	Вариант 1	Вариант 2	Вариант 3
Форма	Правильная, сферическая			
Внешний вид	Драже мягкие за- полненные одно- родной сиропооб- разной масляни- стой жидкостью	Драже мягкие с равномерной обсыпкой сахарной пуд- рой, заполненные однородной сиропообразной масляни- стой жидкостью		
Цвет	Желто-оранжевый	Белый		
Вкус	Выраженный пло- довый (облепихо- вый), достаточно кислый, послевку- сие непродолжи- тельное, кислое, без постороннего привкуса	Приятный, в меру сладкий, с легкой кис- линкой, выра- женный пло- довый (обле- пиховый), без постороннего привкуса	Выраженный плодовый (обле- пиховый), из- лишне кислый, послевкусие про- должительное, кислое, без по- стороннего прив- куса	Выраженный пло- довый (облепихо- вый), достаточно кислый, послевку- сие непродолжи- тельное, кислое, без постороннего привкуса
Аромат	Слабовыраженный плодовый	Выраженный, плодовый, приятный, свежий		
Дегустацион- ны балл	23,5	30	26	24

Использование концентрата облепихового масла в рецептуре драже «Виталайф «Облепишка» положительно влияет на органолептические показатели качества. Общий балл дегустационной оценки качества драже с использованием облепихового масла выше на 6,5 баллов в сравнении с контрольным образцом. Нанесение сахарной оболочки при изготовлении драже мягкого в капсулах «Облепиховое масло» улучшает органолептические показатели качества. Общий балл дегустационной оценки качества драже мягкого «Облепиховое масло» выше на 8,5 баллов в сравнении с контрольным образцом.

Установлено, что в экспериментальные образцы драже соответствуют по физико-химическим показателям качества требованиям ГОСТ 7060-90 и ТР ТС O21/2011.

Для определения срока годности осуществляли контроль заложенных на хранение образцов драже в течение 14 месяцев при температуре $18\pm 3^{\circ}\text{C}$ и ОВВ $70\pm 5\%$. В процессе хранения с интервалом в 3 месяца определяли органолептические, физико-химические, микробиологические показатели и показатели безопасности.

За время хранения установлено, что показатели качества драже витаминизированного «Виталайф «Облепишка» и драже мягкого в капсулах «Облепиховое масло» не изменились. В драже «Виталайф «Облепишка» заметно снижение содержания витамина С (рис. 5).

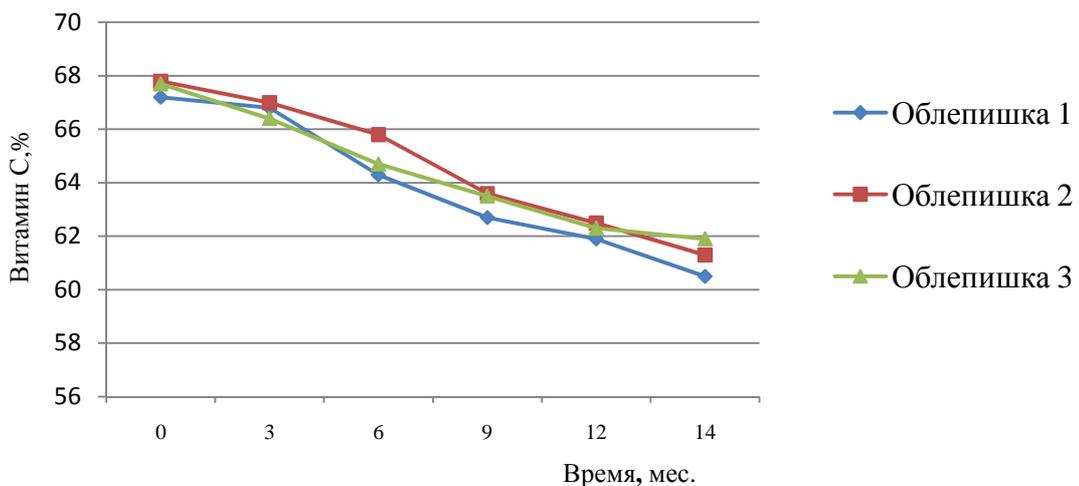


Рисунок 5 – Динамика содержания витамина С при хранении драже «Облепишка»

Известно, что витамин С – лабильное соединение, несмотря на то, что в драже явно присутствует синергетическая поддержка – фенольные вещества плодов и ягод подавляют действие факторов, способствующих разрушению.

В драже мягком в капсулах «Облепиховое масло» претерпели незначительные изменения показатели физиологической ценности – триолеин, трилинолеин, трипальмитолеин и каротиноиды (рис. 6).

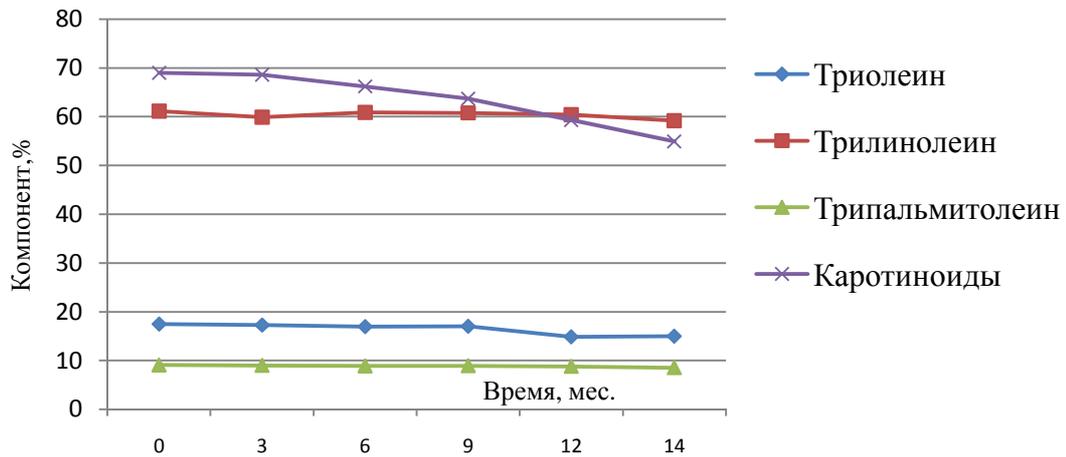


Рисунок 6 – Динамика содержания триолеина, трилинолеина, трипальмитолеина и каротиноидов в драже мягком в капсулах «Облепиховое масло»

Как видно из рис. 6, снизилось содержание каротиноидов (в пересчете на β -каротин) до 55,40 мг %, что составляет порядка 80 % от исходного; содержание глицеридов практически не изменилось, что свидетельствует об оптимальных условиях удаления экстрагента из концентрата облепихового масла, обеспечивающие получение продукта с увеличенным сроком годности.

Обобщив полученные в процессе хранения результаты по органолептическим, физико-химическим, токсикологическим и микробиологическим показателям, содержанию витаминов драже витаминизированного «Виталайф «Облепишка» и драже мягкого в капсулах «Облепиховое масло», определены регламентируемые показатели качества и безопасности (табл. 5) и срок хранения – 12 мес.

Таблица 7 – Регламентируемые показатели качества драже

Показатель	Значение для драже	
	витаминизированное «Виталайф «Облепишка»	мягкое в капсулах «Облепиховое масло»
1	2	3
Органолептические		
Форма	Правильная, шарообразная	Правильная, сферическая
Внешний вид	Поверхность ровная, гладкая, блестящая	Драже мягкие с равномерной обсыпкой сахарной пудрой, заполненные однородной сиропобразной маслянистой жидкостью
Цвет	Желто-оранжевый	Белый
Вкус	Приятный, в меру сладкий, с легкой кислинкой, выраженный плодовой (облепиховый), без постороннего привкуса	Приятный, в меру сладкий, с легкой кислинкой, выраженный плодовой (облепиховый), без постороннего привкуса
Аромат	Выраженный, плодовой, приятный, свежий	Выраженный, плодовой, приятный, свежий
Количество драже в 1 кг, шт.	2000	2000

Продолжение таблицы 7

1	2	3
Физико-химические и пищевой ценности		
Влажность, %	3,5±0,1	5,0–9,0
Кислотность, градусы, не менее	4,0±0,1	–
М.к. витамина С, мг/100 г	61,2±15%	–
М.д. триолеина, % /100 г	–	15±15%
М.д. трилинолеина, %/100 г	–	55±15%
М.д. трипальмитолеина, % /100 г	–	8±15%
М.д. каротиноидов (в пересчете на β-каротин), мг%/100 г	–	60±15%
Примечание: – не регламентируется для данного драже		

Регламентированные значения микробиологических показателей и показателей безопасности драже не превышают установленных ТР ТС 021/2011.

Разработаны ТУ 9122-124-05783969-16 на драже витаминизированное «Виталайф «Облепешка» и ТУ 9122-125-05783969-16 на драже мягкое в капсулах «Облепиховое масло». Проведена промышленная апробация и внедрение в производство разработанных драже на базе предприятия ЗАО «Алтайвитамины».

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

На основании проведенных исследований сделаны следующие выводы

1. Определено, что кривые плавления ДСК индивидуальны, и их можно использовать в установлении происхождения облепихового масла концентрата. Создана библиотека спектров ДСК облепихового масла концентрата. Показано, что обширный эндоэффект в области 0 °С является характерной особенностью облепихового масла.

Разработан экспресс-метод ГЖХ для определения состава триглицеридов в концентрате облепихового масла. Определены условия хроматографирования: температура инжектора 370⁰С, скорость потока по колонке 0,75 см³/мин, колонка капиллярная SE-30 «Витохром-М», длина 15 м, внутренний диаметр 0,3 мм, детектор пламенно-ионизационный, температура детектора 380⁰С, поток воздуха 400 см³/мин, поток водорода 40 см³/мин, поток газа носителя 30 см³/ мин, газ-носитель – гелий.

2. Установлено влияние технологии выделения и состава исходного сырья на глицеридный состав концентрата облепихового масла. По содержанию трипальмитолеина методы выделения располагаются в порядке: ферментативный гидролиз (41,06 %) > центрифугирование (36,67%) > экстракция (31,28 %); источники сырья располагаются в следующем порядке: кожура (32,9 %) > жом (29,1 %) > листья (18,8 %) > семена (8,58 %) > почки (1,5 %). Установлено, что применение азота на стадии удаления экстрагента не приносит изменений в глицеридный состав концентрата облепихового масла, в отличие от воздуха. При применении

воздуха происходит снижение содержания трипальмитина и трипальмитолеина с 47% до 45 % и с 36% до 34% соответственно.

3. Разработана технология производства облепихового масла концентрата с использованием азота на стадии удаления экстрагента. Определены параметры технологического процесса: температура концентрата облепихового масла от 40 до 45⁰С; скорость подачи азота 1,7 дм³/мин; объем концентрата облепихового масла 40 дм³; время операции - 1,5 ч. Установлено, что замена воздуха на азот способствует увеличению срока хранения концентрата облепихового масла с 12 мес. до 18 мес.

4. Разработаны рецептуры и технология драже витаминизированное «Виталайф» «Облепишка» и драже мягкое в капсулах «Облепиховое масло». Дана товароведная характеристика новых кондитерских изделий, определены регламентируемые значения показателей качества, условия и срок хранения - 12 мес.

5. Разработана нормативно-техническая документация на производство облепихового масла концентрата «Экстра» с улучшенными качественными характеристиками (ТУ, ТИ) и драже витаминизированное «Виталайф «Облепишка»» и драже мягкое в капсулах «Облепиховое масло». Проведена промышленная апробация и внедрение в производство разработанной продукции на базе предприятия ЗАО «Алтайвитамины».

**Список работ, опубликованных автором
по теме диссертации
Статьи в изданиях, входящих в Перечень
ведущих рецензируемых научных журналов ВАК РФ**

1. **Горемыкина, Н.В.** Свойства облепихового масла, полученного ферментативным гидролизом / Н.В. Горемыкина, А.Л. Верещагин, Ю.А. Кошелев // Ползуновский вестник.–2013. – №1.– С. 248–249.

2. **Горемыкина, Н.В.** Сравнительный анализ композиций облепихового и подсолнечного масел / Н.В. Горемыкина, А.Л. Верещагин, Н.В. Бычин, Ю.А. Кошелев // Техника и технология пищевых производств. – 2013. – № 2.– С. 116–120.

3. **Горемыкина, Н.В.** Состав глицеридов облепихового масла различных частей растения / Н.В. Горемыкина, А.Л. Верещагин, Ю.А. Кошелев, Н.С. Першин // Ползуновский вестник. – 2014. – №3.– С. 190–194.

4. **Горемыкина, Н.В.** Состав глицеридов облепихового масла Алтайского края, полученного различными способами / Н.В. Горемыкина, А.Л. Верещагин, Ю.А. Кошелев, Н.С. Першин // Ползуновский вестник.– 2014. – №3.– С. 194–197.

5. **Горемыкина, Н.В.** Состав глицеридов облепихового масла Алтайского края / Н.В. Горемыкина, А.Л. Верещагин, Ю.А. Кошелев, Н.С. Першин, А.С. Петров // Химия растительного сырья. 2014. №4. С. 197–201.

6. **Горемыкина, Н.В.** Сравнение триглицеридного состава облепихового масла Алтайского края методом дифференциальной сканирующей калориметрии / Н.В. Горемыкина, А.Л. Верещагин, Н.В. Бычин, Ю.А. Кошелев // Техника и технология пищевых производств. –2015.– № 2 (37). – С. 104–109.

Подписано в печать 23.09.2016.
Формат 60x86/16. Бумага офсетная. Печать плоская
Тираж 100 экз. Заказ

Отпечатано с готового оригинал-макета в типографии ЗАО «Алтайвитамины»,
659325, Алтайский край, г. Бийск, ул. Заводская, 69.