

УДК 665.526.002.33:66.022

UDC 665.526.002.33:66.022

05.00.00 Технические науки

Technical sciences

ОСОБЕННОСТИ ТЕХНОЛОГИЧЕСКОГО ПРОЦЕССА ПОДГОТОВКИ СЫРЬЯ РОЗЫ ЭФИРОМАСЛИЧНОЙ К ПРОМЫШЛЕННОЙ ПЕРЕРАБОТКЕ СПОСОБОМ ГИДРОДИСТИЛЛЯЦИИ

FEATURES OF THE TECHNOLOGICAL PROCESS OF PREPARATION OF RAW MATERIALS OF ROSE ESSENTIAL OIL TO INDUSTRIAL PROCESSING USING THE METHOD OF HYDRODISTILLATION

Шляпников Владимир Александрович
доктор технических наук, профессор, профессор
кафедры технологии и оборудования
производства жиров и эфирных масел
SPIN-код: 1904-6928
vsh.efiroil@mail.ru

Shlyapnikov Vladimir Alexandrovich
Doctor of Technical Sciences, professor of the
Department of Technology and Inventory for the
production of fats and essential oils
SPIN-code: 1904-6928
vsh.efiroil@mail.ru

Глумова Наталья Всеволодовна
кандидат биологических наук, доцент,
зав.кафедрой технологии и оборудования
производства жиров и эфирных масел
SPIN-код: 9972-4476.
n.v.glumova@mail.ru

Glumova Natalia Vsevolodovna
Candidate of biology, assistant professor, the head of
the Department of technology and inventory of
production of fats and essential oils
SPIN-code: 9972-4476
n.v.glumova@mail.ru

Гербер Ксения Викторовна
ассистент кафедры технологии и оборудования
производства жиров и эфирных масел
SPIN-код: 2796-1910
kgp_1@mail.ru

Gerber Ksenia Viktorovna
assistant of the Department of technology and
inventory of production of fats and essential oils
SPIN-code: 2796-1910
kgp_1@mail.ru

ФГАОУ ВО «Крымский федеральный университет им.В.И.Вернадского», Академия биоресурсов и природопользования, г.Симферополь, Россия

Crimean federal university of V. I. Vernadsky", Academy of bioresources and environmental management, Simferopol, Russia

Представлен обзор различных способов подготовки цветков розы к промышленной переработке с целью получения розового эфирного масла. На основании данных патентного и информационного поиска обсуждаются особенности новых научных разработок в этой области, не нашедших по разным причинам широкого применения в промышленной переработке, их достоинства и недостатки. Сделан вывод о необходимости поиска новых, современных, экологически безопасных способов подготовки сырья розы эфиромасличной для промышленной переработки

An overview of various ways of preparing roses for industrial processing with the aim of obtaining rose essential oil is presented. Based on the patent and information retrieval data, features of new, scientific developments in this field, which have not yet found wide application in industrial processing, their advantages and disadvantages are discussed. The conclusion is made about the need to search for new, modern, environmentally safe ways of preparing raw essential oil for industrial processing

Ключевые слова: РОЗА ЭФИРОМАСЛИЧНАЯ, ФЕРМЕНТАЦИЯ, КОМПОНЕНТНЫЙ СОСТАВ ЭФИРОМАСЛА

Keywords: ESSENTIAL OIL OF ROSE, FERMENTATION, COMPONENT COMPOSITION OF ESSENTIAL OIL

Doi: 10.21515/1990-4665-131-127

Республика Крым, вследствие своих уникальных природных и климатических условий всегда была и остается традиционным регионом

выращивания и переработки эфиромасличного, перспективного масличного и лекарственного сырья, а интеграция Республики Крым в экономическую систему Российской Федерации позволит стимулировать и существенно повысить темпы развития эфиромасличной отрасли, как в регионе, так и в целом по стране [1].

Эфиромасличная продукция, получаемая в результате переработки розы эфиромасличной различными способами широко востребована на отечественном и мировом рынках эфиромасличной продукции, в пищевой промышленности, производстве лечебно-профилактических препаратов, ароматерапии.

В составе розового эфирного масла по последним данным обнаружено более 250 компонентов, но не все они являются собственными компонентами розы эфиромасличной, некоторые из них образуются в технологических процессах подготовки и переработки сырья.

Основными и наиболее ценными компонентами розового эфирного масла являются терпеновые спирты – цитронеллол, нерол, гераниол, в составе розового эфирного масла также присутствуют соединения ароматического ряда, основным из которых является β -фенилэтиловый спирт. Важными компонентами, формирующим характерные физико-химические свойства розового эфирного масла являются стеароптены – углеводороды с числом углеродных атомов более 17.

Содержание эфирного масла в цветках розы эфиромасличной отечественных сортов составляет 0,08-0,12% к массе цветков, промышленный выход розового эфирного масла составляет 0,06-0,10% к массе сырья. Основным компонентом отечественного розового эфирного масла остается β -фенилэтиловый спирт, доля терпеновых спиртов в составе масла относительно невелика.

В цветках розы большая часть эфирного масла содержится в связанном состоянии, многие из компонентов находятся в

гликозидносвязанном состоянии, в основном в форме β -D-глюкопиранозидов.

Для повышения промышленного выхода эфирного масла необходимо осуществить перевод эфирного масла из связанного состояния в свободное. Этот технологический процесс называется ферментацией. В ходе ферментации под влиянием собственных ферментов цветка происходит гидролиз гликозидносвязанных компонентов масла, что приводит к повышению содержания в сырье свободного эфирного масла и, как следствие, повышению его промышленного выхода. Эффективность процесса ферментации зависит от многих факторов, в том числе времени сбора цветков, способа ферментации, соблюдения технологических режимов выбранного способа. Использование различных способов ферментации оказывает влияние не только на выход эфирного масла, но в значительной степени и на его качество, поэтому, при выборе способа необходимо обязательно учитывать его влияние на содержание в эфирном масле основных, наиболее ценных компонентов, которыми являются (как указывалось выше) терпеновые спирты.

Гидролиз β -D-глюкопиранозидов (автоферментация) начинается на розовых плантациях во время уборки сырья (в мешках сборщиков) и продолжается в таре, в которой сырьё доставляют на перерабатывающее предприятие.

В настоящее время широкое распространение получили способы производственной ферментации, основанные на повышении активности ферментной системы цветков и направленности ее действия при использовании ряда технологических приемов – самосогревания, использования анаэробных условий.

Ферментация самосогреванием [2] заимствована из болгарской технологии и осуществляется в мешках из грубой ткани, при этом масса

сырья в мешке не должна превышать 15 кг, температура сырья не должна подниматься выше 36⁰С, продолжительность ферментации составляет 6-9 часов. Этот способ может применяться самостоятельно, он обеспечивает значительное повышение промышленного выхода эфирного масла, может применяться и в сочетании с другими способами, в частности с ускоренной тепловой ферментацией.

Недостатком данного способа является невозможность регулирования температуры сырья, а при повышении температуры цветков выше оптимальной (45-50⁰ С) отмечается ухудшение качества товарной продукции.

Ферментация в анаэробных условиях была предложена Н.З.Якобашвили [3]. Способ осуществляется в полиэтиленовых мешках, пропускающих углекислый газ, который образуется при дыхании цветков. Цветки розы в количестве 10 кг загружают в полиэтиленовые мешки вместимостью 0,045 м³. Мешки герметично закрывают и выдерживают в течение 8-12 часов под навесами, при температуре 20-28⁰С. Данный способ позволяет повысить промышленный выход эфирного масла на 30-40% в сравнении с традиционным способом ферментации.

Традиционные же способы ферментации основаны на гидролизе β-D-глюкопиранозидов собственными ферментами цветка. К ним относят:

- ферментацию в воде при температуре окружающей среды [4];
- ферментацию в растворе поваренной соли при температуре окружающей среды [5];
- ускоренную тепловую ферментацию [6].

Особенности вышеперечисленных способов ферментации:

1.Способ ферментации в воде, предложенный В.А.Соколом и А.И.Фадеевым [4] осуществляется при температуре окружающей среды, при соотношении сырья и воды 1:2, в течение 6-12 часов. При этом

способе предъявляются высокие требования к качеству воды. Для ферментации нельзя использовать воду из открытых водоёмов, так как в ней присутствует собственная микрофлора, оказывающая заметное негативное влияние на органолептические показатели готовой продукции.

В зарубежной практике используют воду с пониженной температурой, в которой не развивается посторонняя микрофлора, а качество масла получается высоким, за счет частичного растворения в ней β -фенилэтилового спирта, иногда в процессе ферментации используют охлажденный вторичный дистиллят, образовавшийся после отделения вторичного эфирного масла.

2.Способ ферментации в растворе поваренной соли (консервация), предложенный инженером Г.И. Бобылевым [5] нашел широкое распространение в отечественной эфиромасличной промышленности, благодаря консервирующим свойствам поваренной соли. Способ позволяет использовать воду из открытых водоемов, так как используемая концентрация поваренной соли достаточно высока и составляет 16-20%. Соотношение цветков и солевого раствора составляет 1:2, продолжительность ферментации 6-12 часов при температуре окружающей среды. Обязательное условие- полное погружение цветков розы в раствор поваренной соли, что достигается периодическим перемешиванием ферментируемой массы. Недостатком способа является использование поваренной соли по ряду причин:

-во-первых, ионы натрия и хлора подавляют активность собственных ферментных систем, отмечается снижение содержания в эфирном масле терпеновых спиртов;

-во-вторых, использование раствора поваренной соли высокой концентрации, приводит к ухудшению экологической обстановки и засолению земель.

3.Способ ускоренной тепловой ферментации предложен Ф.С.Танасиенко, К.Г.Персидской, А.П.Чипигой [6] заключается в погружении цветков розы эфиромасличной в солевой раствор предварительно нагретый до 50 °С и выдерживании их перед переработкой в течение 2 часов. Температура ферментируемой массы составляет 43-45⁰С, повышение приводит к инаktivации ферментов и снижению выхода масла на 10-15%. При этом способе ферментации выход розового эфирного масла увеличивается на 50% и более. Тепловую ферментацию цветов розы на перерабатывающих предприятиях проводят в ферментационных емкостях ЭАКР-9,3. Преимуществом способа является сокращение продолжительности процесса ферментации, увеличение промышленного выхода эфирного масла.

Тепловую ферментацию осуществляют и в воде при температуре 50⁰ С без добавления соли, продолжительность процесса составляет 2 часа. Этот вариант заключается в том, что лепестки розы погружают в воду обычной температуры и нагревают их в ферментационной емкости до 50⁰С. Соотношение сырья и воды составляет 1:2. Прирост содержания эфирного масла составляет до 80%.

Достоинством считается то, что в производстве не надо иметь больших резервуаров для солевого раствора. Недостатками можно считать сложности в прогреве больших масс розы в производственных условиях и высокие требования к качеству воды.

По сравнению с традиционным способом ускоренной тепловой ферментации - способ ферментации цветков розы путем выдерживания их в жидкости (воде или растворе поваренной соли) подверженной вакуум-обработке [7]. Ферментация осуществляется в герметических резервуарах с водой или раствором поваренной соли, температурой 50⁰С. Отмечается повышение выхода эфирного масла на 30—40%. Достоинство способа – воздух, удаленный из аппарата при создании вакуума, содержит эфирное

масло и направляется на сорбционную установку для получения дополнительного количества эфирного масла.

Для повышения выхода эфирного масла при переработке способом гидродистилляции в качестве перспективного способа используется ферментация с применением ферментных препаратов. Используемые препараты - комплексный препарат целлюлазы и ферментные препараты на его основе Г-10х, Г-15х. Использование различных ферментных препаратов может изменять соотношение терпеновых спиртов в заданном направлении, увеличивая, к примеру, содержание нерола или цитронеллола. Ферментный препарат вводится в ферментируемую массу с температурой окружающей среды за два часа до начала процесса гидродистилляции в количестве 0,1 % к массе сырья.

В биокаталитической технологии [8] использовали свежесобранные цветки розы эфиромасличной сортов Крымская красная и Казанлыкская розовая. Роль в данном процессе гидролиза гликозидов принадлежит микробной β -глюкозидазе.

Наиболее эффективными признаны β -глюкозидаза из культуры *Aspergillus awamori* 1 и целлюлолитический препарат из культуры *Trichoderma viride* 1. Оптимальными условиями биокатализа являются нативное значение рН сырья, температура процесса 45 °С, гидромодуль 1:2, продолжительность ферментативной обработки 4 часа. В результате в розовом масле увеличивается массовая доля по сравнению с контролем: цитронеллола - более чем в 1,5 раза; нерола - в 2 и более раз; гераниола - в 1,5 раза.

Обработка сырья микробными ферментными препаратами позволяет повысить промышленный выход розового масла на 21—42%.

Среди ряда научных исследований, пока не нашедших практического применения, можно отметить использование физических методов в подготовке цветков розы, можно выделить следующие:

А) Использование γ - облучения [9] на свежих цветках источником ^{60}Co различными дозами при мощности излучения 300р/мин на установке «РАД». В зависимости от дозы γ - облучения изменялось содержание эфирного масла. Выявлены оптимальные дозы облучения (2кР), повышающие содержание эфирного масла на 12-27% (в зависимости от индивидуальной реакции сорта).

Недостатком данного способа является сложность применения в промышленных масштабах, вредность и опасность для здоровья человека.

В) Использование воды, обработанной магнитным полем для получения эфирного масла [10]. Сущность способа – цветки розы заливали водой, обработанной магнитным полем (пропущенной через зазор постоянного магнита с градиентом магнитного поля 14000 Гс/см со скоростью 100 см/с), Проникая в клетки цветка, вода воздействует на ферментативные процессы и высвобождает свободное эфирное масло. Предлагаемый способ увеличивает выход эфирного масла розы эфиромасличной на 17-19%, повышая массовую долю терпеновых спиртов и снижая массовую долю β -фенилэтилового спирта в составе эфирного масла.

С) Способ быстрого замораживания цветков розы, воздействие сверхнизких температур [11]. Розу подвергали быстрому замораживанию в жидком азоте, находящемся в сосуде Дьюара. Цветки переносили в колбу и заливали горячей водой. Массовую долю эфирного масла определяли методом Далматова [12]. В результате массовая доля эфирного масла возросла на 10-12%. Компонентный состав масла не изменился.

Д) Воздействие токов высокой частоты [13]. Продолжительность действия токов высокой частоты на свежие цветки розы ограничивали 3 мин. В результате массовая доля эфирного масла в цветках возросла в среднем на 10-13%, при отсутствии изменений в компонентном составе эфирного масла.

Е) Воздействие глубокого вакуума [13]. Сущность способа –сырье розы предварительно обрабатывали глубоким вакуумом 400—933 Па (3—7 торр) в течение 30 мин. Воздействие глубокого вакуума повысило массовую долю эфирного масла на 10—12% при неизменном составе.

Ряд научных исследований посвящен использованию химических способов в подготовке цветков розы к переработке. Среди них можно отметить следующие:

1.Способ получения эфирного масла с использованием 3,5-7% раствора сернокислого калия [14] температурой 50⁰С. Продолжительность процесса ферментации составляла 3 часа. Полученное эфирное масло содержало терпеновые спирты 28—33% при содержании в свежих цветках 36—42%. Достоинством способа является возможность получения дополнительного продукта – гидролизного масла, использующееся в качестве отдушки для товаров бытовой химии.

2.Способ ферментации цветков розы с использованием едкого натра [15]. Отличается от традиционного использованием 0,03-0,07% раствора едкого натра. Способ позволяет снизить кислотное число и повысить массовую долю терпеновых спиртов в составе эфирного масла.

Анализ представленных способов ферментации свидетельствует, что целесообразным для процесса ферментации сырья розы эфиромасличной является тепловое воздействие на него. Использование сверхвысокочастотного нагрева возможно приведет к положительным изменениям количественного содержания и компонентного состава масла, для чего необходимо провести дополнительные исследования.

Достоинства применения микроволнового электромагнитного поля обосновываются избирательностью преобразования электромагнитной энергии в тепловую, большой глубиной проникновения поля, эффективностью и экономичностью. Рост температуры в живой клетке при

микроволновом нагреве ведет к росту внутриклеточного давления, следовательно, из клетки через поры в клеточных мембранах будет удаляться масса вещества, возможно приводя к повреждению мембран. Оптимальным для процесса ферментации сырья розы является тепловое воздействие на сырье, а применяя СВЧ-излучение в процессе подготовки сырья розы к переработке, возможен переход связанного эфирного масла в свободное, что приведет к повышению промышленного выхода эфирного масла.

По сравнению с традиционными способами тепловой обработки материалов СВЧ- технологии обладают рядом преимуществ: локализация нагрева в пределах замкнутого контура рабочего тела, возможность полной автоматизации процесса, высокий КПД (близкий к 100%), экологичность, надежность, минимизация расходных материалов, создание экономичных технологических процессов, уменьшение затрат энергии. Необходимо дополнительно исследовать процесс влияния электромагнитного поля СВЧ диапазона на выход целевого продукта и на компонентный состав розового масла.

Список использованной литературы:

1. Черкашина Е.В. Процесс интеграции Республики Крым в Российское экономическое пространство как стимул развития эфиромасличной и лекарственной отрасли страны, : ГУЗЕМ, 2014.
2. Фролов В.А. Новый метод подготовки цветков розы перед гидродистилляцией. Обмен опытом работы парфюмерно-косметических фабрик.М., Гостехиздат, 1960
3. Якобашвили Н.З., Зейтуридзе Ц.Ш., Швангирадзе О.Э., Каджая Л.В., Синаташвили Л.А., Харшиладзе А.А.Ферментация цветков розы в анаэробных условиях.-Масло-жировая промышленность,1979,т.4
4. Технология натуральных эфирных масел и синтетических душистых веществ/И.И.Сидоров, Н.А.Турьшева, Л.П.Фалеева, Е.И.Ясюкевич.-М.:Легкая и пищевая промышленность, 1984.-368с.
5. Чипига А.П., Зюков Д.Г., Найденова В.П., Маковкина Н.П., Волченков В.Ф., Персидская К.Г., Танасиенко Ф.С. Справочник технолога эфиромасличного производства-М.:Легкая и пищевая промышленность, 1981.-184с.
6. Танасиенко Ф.С., Персидская К.Г.,Чипига А.П. А. с.37935.Ускоренная тепловая ферментация цветков розы.-Опубл. В Б.И.,1963.
7. К.Г.Персидская, Ф.С.Танасиенко, В.А.Сокол и А.И.Торбицкий.способ ферментации эфиромасличного сырья.-описание изобретения.225357

8. Г.Н.Румянцева, Н.И.Дунченко. Биокатализ: концепция и практическое использование. Учебное пособие.-М.:ДеЛи принт, 2010.-118 с.
9. А.А.Зальцфас, Н.Г.Пономарева, В.И.Тютюнник. Способ подготовки цветков розы к получению эфирного масла., 1977, т.10
10. В.И.Тютюнник, А.А.Зальцфас.Способ получения эфирного масла из цветков розы.-описание изобретения.(11)872545.
11. А.А.Зальцфас, В.И.Тютюнник. Физико-химические методы подготовки цветков розы к переработке.-МЖП, 1981, т,2
12. Биохимические методы анализа эфирномасличных растений и эфирных масел.-Симферополь, 1972.-107 с.
13. А.А.Зальцфас, В.И.Тютюнник. Физико-химические методы подготовки цветков розы к переработке.-МЖП, 1981, т,2
14. П.С.Бугорский, Е.И.Бобраков, В.Н.Мельников, С.А.Резникова. Способ получения эфирного масла из цветков розы.-описание изобретения .(11)639923
15. Л.И.Филипова и В.А.Шляпников.-Способ ферментации цветков розы. Описание изобретения к авторскому свидетельству.SU 1154320

References

1. Cherkashina E.V. Process integracii Respubliki Krym v Rossijskoe onomicheskoe prostranstva kak stimul razvitija jefiromaslichnoj i lekarstvennoj otrasli strany,,: GUZEM, 2014.
2. Frolov V.A. Novyj metod podgotovki cvetkov rozy pered gidrodistilljaciej. Obmen opytom raboty parfjumerno-kosmeticheskikh fabrik.M., Gostehizdat, 1960
3. Jakobashvili N.Z., Zejturidze C.Sh., Shvangiradze O.Je., Kadzhaja L.V., Sinatashvili L.A., Harshiladze A.A.Fermentacija cvetkov rozy v anajerobnyh uslovijah.-Maslo-zhirovaja promyshlennost',1979,t.4
4. Tehnologija natural'nyh jefirnyh masel i sinteticheskikh dushistyh veshhestv/I.I.Sidorov, N.A.Turysheva, L.P.Faleeva, E.I.Jasjukevich.-M.:Legkaja i pishhevaja promyshlennost', 1984.-368s.
5. Chipiga A.P., Zjukov D.G., Najdenova V.P., Makovkina N.P., Volchenkov V.F., Persidskaja K.G., Tanasienko F.S. Spravochnik tehnologa jefiromaslichnogo proizvodstva.-M.:Legkaja i pishhevaja promyshlennost', 1981.-184s.
6. Tanasienko F.S., Persidskaja K.G.,Chipiga A.P. A. s.37935.Uskorennaja teplovaja fermentacija cvetkov rozy.-Opubl. V B.I.,1963.
7. K.G.Persidskaja, F.S.Tanasienko, V.A.Sokol i A.I.Torbickij.sposob fermentacii jefiromaslichnogo syr'ja.-opisanie izobretenija.225357
8. G.N.Rumjanceva, N.I.Dunchenko. Biokataliz: koncepcija i prakticheskoe ispol'zovanie.Uchebnoe posobie.-M.:DeLi print, 2010.-118 s.
9. А.А.Zal'cfas, N.G.Ponomareva, V.I.Tjutjunnik. Sposob podgotovki cvetkov rozy k polucheniju jefirnogo masla., 1977, t.10
10. V.I.Tjutjunnik, A.A.Zal'cfas.Sposob poluchenija jefirnogo masla iz cvetkov rozy.-opisanie izobretenija.(11)872545.
11. А.А.Zal'cfas, V.I.Tjutjunnik. Fiziko-himicheskie metody podgotovki cvetkov rozy k pererabotke.-MZhP, 1981, т,2
12. Biohimicheskie metody analiza jefiromaslichnyh rastenij i jefirnyh masel.-Simferopol', 1972.-107 s.
13. А.А.Zal'cfas, V.I.Tjutjunnik. Fiziko-himicheskie metody podgotovki cvetkov rozy k pererabotke.-MZhP, 1981, т,2
14. P.S.Bugorskij, E.I.Bobrakov, V.N.Mel'nikov, S.A.Reznikova. Sposob poluchenija jefirnogo masla iz cvetkov rozy.-opisanie izobretenija .(11)639923

15. L.I.Filipova i V.A.Shljapnikov.-Sposob fermentacii cvetkov rozy. Opisanie izobrenenija k avtorskomu svidetel'stvu.SU 1154320