

Шифр «Філософський камінь»

Одержання харчової добавки E474

ЗМІСТ

ВСТУП.....	3
РОЗДІЛ 1. АНАЛІТИЧНИЙ ОГЛЯД НАУКОВО-ТЕХНІЧНОЇ ЛІТЕРАТУРИ.....	5
1.1. Загальні відомості про цукрогліцериди.....	5
1.2. Фізико-хімічні властивості.....	6
1.3. Затверджені норми та дозволеність у країнах.....	10
1.4. Характеристика вихідної сировини.....	12
1.5. Технологія виробництва.....	15
1.6. Сфери застосування.....	19
1.7. Методи оцінки якості цукрогліцеридів.....	20
РОЗДІЛ 2. ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА.....	22
2.1. Дослідження цукрогліцеридів методом ІСР/MS.....	22
2.2. Дослідження цукрогліцеридів абсорбційною спектрометрією.....	23
РОЗДІЛ 3. ОТРИМАННЯ ЦУКРОГЛІЦЕРИДІВ В ЛАБОРАТОРНИХ УМОВАХ.....	25
3.1. Вивчення хімічного складу соняшникової олії методами ГРХ та ЯМР...25	
3.2. Розробка і опис функціональної схеми.....	27
3.3. Елементний аналіз цукрогліцеридів методом ІСР/MS.....	33
3.4. Дослідження цукрогліцеридів абсорбційною спектроскопією.....	35
ВИСНОВКИ.....	36
СПИСОК ВИКОРИСТАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ.....	37

ВСТУП

Харчові добавки знайомі нам вже кілька тисячоліть. Людина ще в доісторичну епоху добувала та використовувала для харчових продуктів певні хімічні речовини. Достеменно відомо, що ще за 400 років до Різдва Христового єгиптяни забарвлювали вино і солодощі квітами, листям, різними плодами рослин; застосовували звичайну сіль і копильний дим.

Тим не менш, тільки з другої половини ХХ століття харчові добавки почали активно використовувати у виробництві харчових продуктів. Тепер відомо приблизно до 1500 харчових добавок як мікроінгредієнтів харчової промисловості без урахування їх комбінованих сумішей, окремих запашних речовин та ароматизаторів.

До харчових добавок комісією ФАО/ВООЗ згідно з Codex Alimentarius відносяться будь-які речовини, що не використовуються як їжа або інгредієнти їжі, незалежно від їх харчової цінності, і спеціально добавлені для технологічних цілей з метою покращення органолептичних та інших властивостей харчових продуктів при їх виробництві, обробці, пакуванні, транспортуванні або зберіганні [1]. Однією з таких є добавка E474 – цукрогліцериди.

Цукрогліцериди (E474) - добавка, контрольована Європейським парламентом згідно Директиви 95/2/ЄС. Ця добавка може бути використана в якості емульгатора та стабілізатора олійно-водних емульсій у широкому асортименті продуктів. За хімічним складом емульгатор E474 не має певної формули і є складною сумішшю переважно естерів сахарози і вищих жирних кислот, одержуваних зазвичай з цукру і жирів рослинного і тваринного походження [2].

Актуальність досліджень зумовлена необхідністю вдосконалення існуючих методів отримання добавки E474 з використанням сировини вітчизняного виробництва.

Об'єкт дослідження: цукрогліцериди – харчова добавка E474.

Предмет дослідження: методи отримання цукрогліцеридів.

Завдання:

- 1) здійснити пошук, аналіз та огляд літератури для детального вивчення фізико-хімічних властивостей цукрогліцеридів та спектру їх використання;
- 2) розглянути методи одержання добавки E474;
- 3) узагальнити отримані результати та зробити висновки.

РОЗДІЛ 1. АНАЛІТИЧНИЙ ОГЛЯД НАУКОВО-ТЕХНІЧНОЇ ЛІТЕРАТУРИ

1.1. Загальні відомості про цукрогліцериди

Цукрогліцериди зареєстровані як харчова добавка E474, дозволена у Європейському союзі для використання в якості емульгатора і стабілізатора олійно-водних емульсій у ряді харчових продуктів відповідно до Директиви 95/2/ЄС про харчові добавки. Добавка E474 зберігає в'язкість і поліпшує консистенцію харчових продуктів [2].

Наведений емульгатор (рис.1.1) за хімічною будовою подібний до аналогічного продукту (E473) і є сумішшю переважно моно- і диестерів сахарози з моно-, ди- та триацилгліцерилами (гліцеридами) [1].

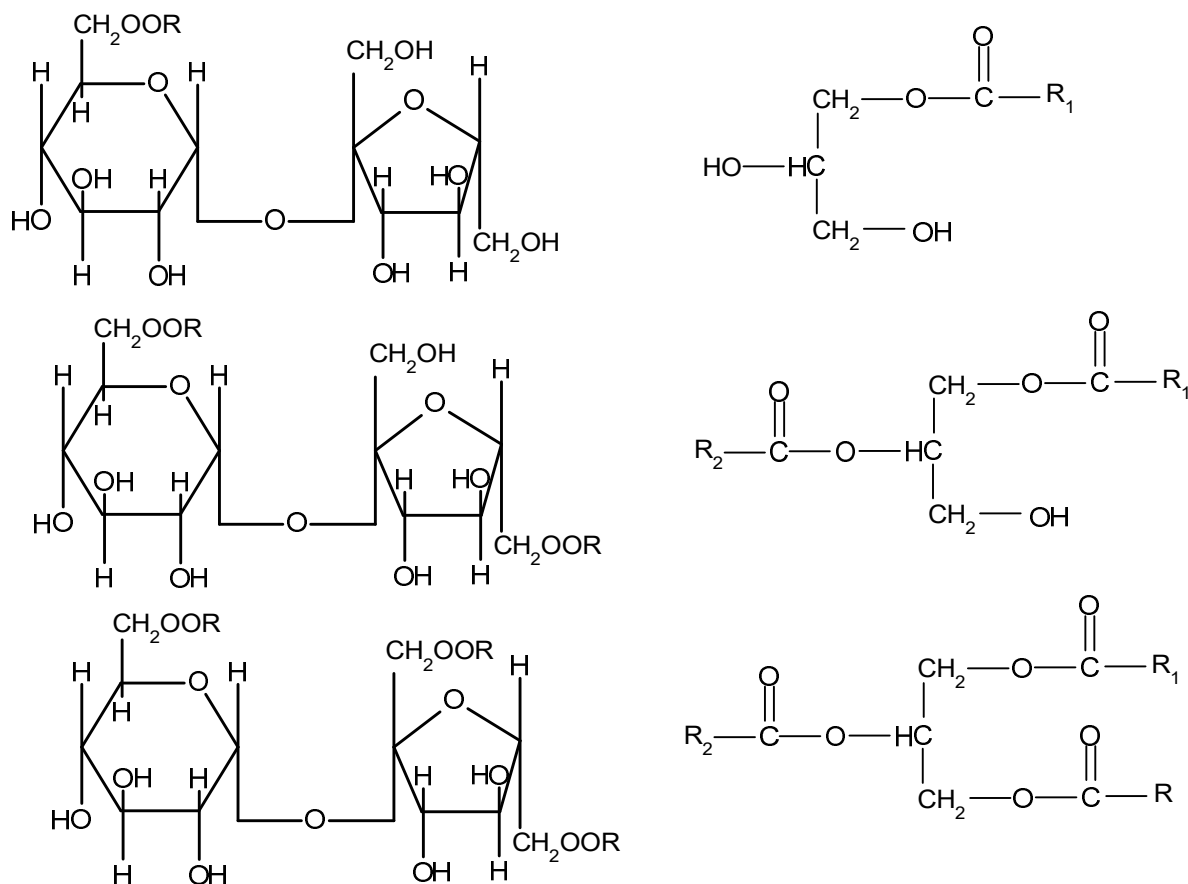


Рис.1.1 Хімічний склад цукрогліцеридів

Стабілізатори – речовини, що направлені на збереження консистенції та текстури продукту, запобігання псуванню. До класів стабілізаторів харчування включають емульгатори, загущувачі та гелеутворювачі, стабілізатори піни, зволожувачі, агенти покриття. Стабілізатори підтримують однорідний стан суміші двох або більше компонентів, що не змішуються між собою. За своєю функціональною дією стабілізатори займають проміжне положення між емульгаторами та загущувачами, оскільки ефект стабілізації може бути досягнутий внаслідок як адсорбції їхніх молекул на межі поділу фаз, так і збільшення в'язкості дисперсійного середовища. Від емульгаторів вони відрізняються меншою поверхневою активністю, що пов'язує з хімічною будовою їхніх молекул. При цьому гідрофільні групи стабілізаторів розташовані переважно рівномірно по всій довжині молекули, що певним чином впливає на характер формування топології колоїдної системи на межі поділу фаз. Використання стабілізаторів дозволяє не тільки поліпшити якість продукції і підвищити термін зберігання, але також зменшити її собівартість. За прийнятою Міжнародною Комісією Codex Alimentarius схемою нумерації стабілізатори, загусники та емульгатори мають номери E400 – E499 [3].

Емульгатори – це речовини, що сприяють створенню або збереженню гомогенної суміші двох або більше фаз у харчових продуктах, наприклад, води та олії, сприяють рівномірному розподілу жирів. Емульгатори вносяться у продукт у дрібнодисперсному стані (розчини, колоїдні розчини, емульсії). Одночасно в продукт може вводитися декілька емульгаторів. При цьому сукупна концентрація їх не повинна перевищувати найменшої межі її концентрації, встановленої для одного з компонентів суміші [4].

1.2. Фізико-хімічні властивості

За консистенцією залежно від використаної сировини цукрогліцериди можуть бути напівтвердими речовинами або порошками, білого або майже білого кольору, добре розчинними у диметилформаміді (ДМФА), гліколі,

гексані, петролейному ефірі, обмежено розчинними у спиртах і майже не розчинними у холодній воді. Термічна стійкість цукрогліцеридів залежить від масової частки цукрової частини, а їхні емульгуючі властивості визначаються ступенем естерифікації молекули вуглеводневого фрагменту [1]. Цукрогліцериди, дозволені для використання в харчових продуктах, мають містити принаймні 40% естерів сахарози і принаймні 40% гліцеридів. Функціональні властивості отриманої суміші визначаються вихідним тригліцеридом. Як правило, їх використовують у вигляді пасти, яку диспергують у жировій фазі продукту або розтоплюють для отримання попередньої емульсії.

Сахароза є багатоатомним спиртом, здатним утворювати естери з жирними кислотами і перетворюватися на поверхнево-активні речовини. Довжина карбонового ланцюга і ступінь насиченості жирних кислот, які реагують з гідроксильними групами цукрози, також впливають на властивості естерів сахарози.

Моноацильовані похідні сахарози (моноестери) виявляють високу поверхневу активність і значною мірою знижують поверхневий натяг на межі фаз жир/вода, отже вони є хорошими емульгаторами систем «олія у воді». Ди- і триестери сахарози виявляють менші гідрофільні властивості за рахунок зменшення кількості вільних гідроксильних груп у молекулі сахарози. Гідрофільні властивості поліестерів сахарози ще нижчі, ніж у ди- і триестерів, тому бажано зменшити вміст цих сполук при одержанні цукрогліцеридів. Отже, при одержанні цукрогліцеридів слід застосовувати умови, за яких вміст у продукті моно- і диестерифікованих похідних сахарози буде найбільшим [5].

Цукрогліцериди мають переваги перед багатьма іншими комерційними емульгаторами. Варіацією основних і допоміжних реагентів, їх співвідношення, умов та тривалості перебігу реакції можна отримати добавку, що має гідрофільно-ліпофільний баланс (ГЛБ) в межах 1–16. Цукрогліцериди з низьким і високим ГЛБ функціональні в емульсії вода в

олії (в/о) та емульсії олія у воді (о/в) відповідно, що означає, що варіюючи склад даного емульгатора його можна зробити з задалегідь відомим ГЛБ спеціально під конкретну емульсію, що робить цукрогліцериди не тільки «ідеальною», а ще й досить конкурентоспроможною добавкою. Значення ГЛБ можна обчислити математично або виміряти за допомогою шкали Гріффіна, що коливається від 0 до 20. Емульгатори в діапазоні 3,5–6, як правило, є найбільш придатними для використання в емульсіях вода в олії, а від 8 до 18 для емульсії типу олія у воді [6].

Величина ГЛБ тісно пов'язана з вмістом моноестерів: чим вище вміст моноестерів, тим вище значення ГЛБ [1]. Цукрогліцериди з ГЛБ > 6 частково розчинні у воді, але мають погану розчинність у олії; ті, які мають нижче значення ГЛБ < 6 (тобто більший вміст ди- та триєфірів) мають погану розчинність у воді, але хорошу розчинність у олії. Довжина ланцюга жирних кислот має вторинний вплив на здатність до емульгування: чим коротша довжина ланцюга жирних кислот, тим вище значення ГЛБ. Залежність величини ГЛБ від вмісту моно-, ди- і поліестерів відображена на рис.1.2 [5].

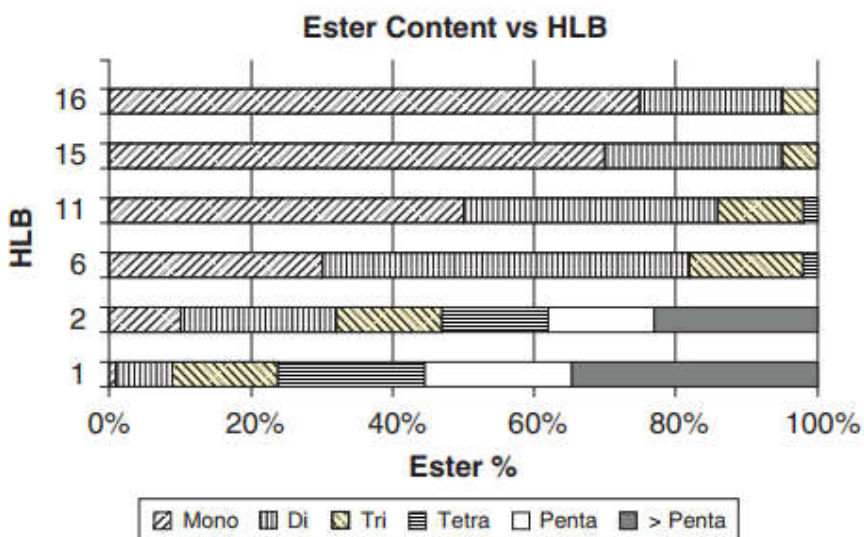


Рис.1.2 Залежність величини ГЛБ від вмісту моно-, ди- і поліестерів

Цукрогліцериди плавляться при нагріванні до 40-60 °С. Нагрівання до температур до 185 °С можна досягти без шкідливих наслідків для функціональності емульгатору, однак при температурі вище 140 °С можливе

утворення коричневого кольору, завдяки реакції карамелізації, що проходить внаслідок наявності слідів вільної сахарози, присутніх у продукті. Для максимальної активності сахарози цукрогліцериди спочатку потрібно диспергувати в холодній рідині, а потім нагрівати до 60–80 °С, щоб досягти повної розчинності [5].

Цукрогліцериди стійкі при значеннях рН у межах від 4 до 8. Це означає, що їх можна використовувати як емульгатори практично у всіх харчових продуктах. При значеннях рН, що перевищують 8, може відбуватися омилення естерного зв'язку (рис.1.3).

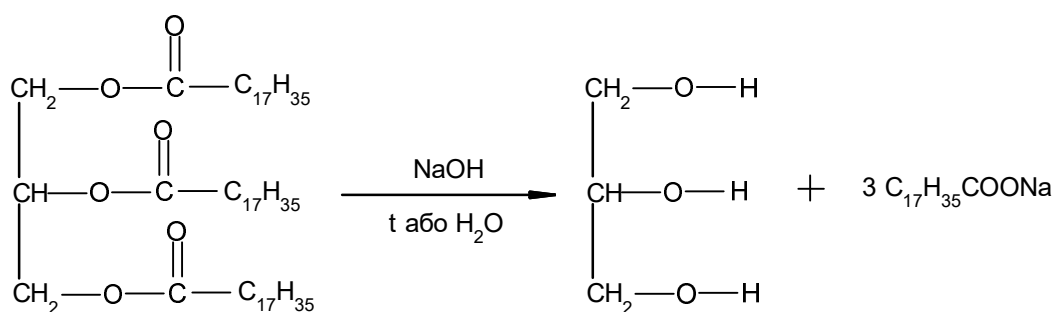


Рис.1.3 Гідроліз жиру

А при рН<4 можливий гідроліз фрагмента сахарози (рис.1.4) [7].

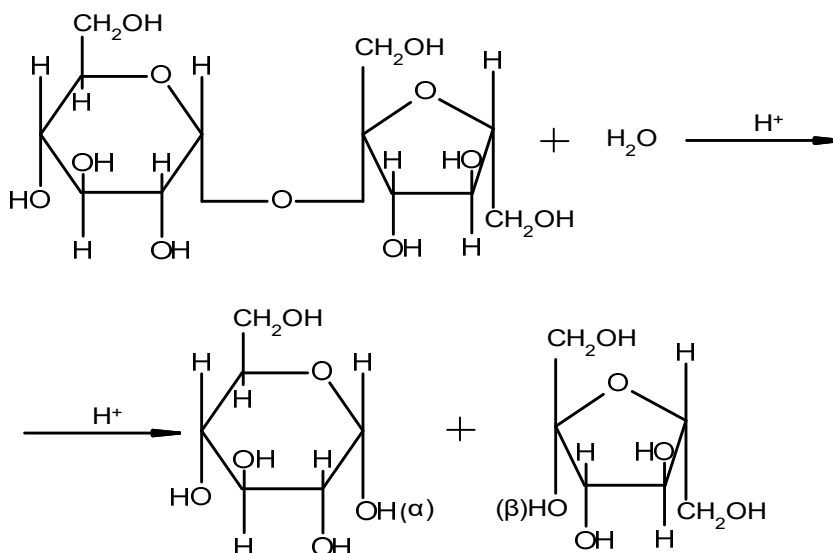


Рис.1.4 Гідроліз сахарози

Функціональність цукрогліцеридів в продуктах харчування є складною через багаторазову взаємодію з крохмалем, білками, цукром, жирами, які є основними компонентами у виробках [6].

Механізм зв'язування складових цукрогліцеридів з білками остаточно не зрозумілий, але вважається, що він обумовлений взаємодією естерів сахарози і бічних груп амінокислот в молекулі білка. Тип і міцність конкретної взаємодії залежить від полярності бічних груп і рН системи. Хоча можливі різні взаємодії, вважається, що домінуючою є гідрофобна взаємодія, подібна до ван-дер-ваальсових взаємодій. У присутності води може бути утворений гідрофобний зв'язок між неполярними бічними групами амінокислоти і ланцюгом жирних кислот молекули цукрогліцериду. Окремі гідрофобні частини мають тенденцію групуватися і відштовхувати навколишню воду. В результаті цього механізму зв'язування гідрофільна (сахарозна) частина молекули цукрогліцериду буде локалізована на поверхні білка, збільшуючи полярність поверхні білка.

Таким чином, білок стає більш розчинним і набагато менш схильним до агрегації і коагуляції. Цукрогліцериди з високим вмістом моноацильованих похідних (високе значення ГЛБ) найбільш сильно взаємодіють з білками.

1.3. Затверджені норми та дозволеність у країнах

Згідно до Директиви Європейського парламенту та Ради № 95/2/ЄС про харчові добавки (додаток IV) у табл.1.1 наведено затверджені норми використання харчової добавки E474 для певних груп харчових продуктів.

Таблиця 1.1

Затверджені норми для добавки E474

Назва продукту	Кількість, г/кг
1	2
Хлібобулочні вироби	10
Відбілювачі напоїв	20
Морозиво	5
Кондитерські вироби з цукром	5

Продовження таблиці 1.1

Назва продукту	Кількість, г/кг
Жувальна гумка	10
Супи та бульйони	2
Дієтичні добавки	5
Безалкогольні напої	5
Порошок для приготування теплих напоїв	10
Термічно оброблені м'ясні продукти (на жирі)	5
Поверхнева обробка свіжих фруктів	За необхідністю
Напої алкогольні (крім пива і вина)	5
Аналоги крему	5
Дитяче харчування	120/л

- 1) Європа. Використання харчових добавок, таких як емульгатори, обмежується Європейським Союзом, а законодавство публікується в Європейському Парламенті та Раді Директив № 95/2/ЄС про харчові добавки, крім барвників та підсолоджувачів (ОВ L61, 18.3.1995) від 20 лютого 1995 року. Відповідно до цієї директиви, усі цукрогліцериди реєструються під номером E474. МДР для цукрогліцеридів становить 30 мг/кг маси тіла.
- 2) Канада. У Канаді цукрогліцериди затверджені в нестандартних кондитерських виробках (ІМА Canada Gazette 14-02-2004).
- 3) Японія. Цукрогліцериди затверджені в харчових продуктах і використовуються в Японії понад 50 років (JAFA, 1959) [5].
- 4) Україна. Наразі в Україні немає даних щодо дозволу для використання харчової добавки E474 [8].

1.4. Характеристика вихідної сировини

Цукор є продуктом повсякденного вживання і у вирішенні продовольчої проблеми відіграє особливу роль. Крім того, цукор використовується як сировина у харчовій промисловості. Для виробництва цукрогліцеридів запропоновано використання сировини вітчизняного виробництва, що дозволить не тільки зменшити залежність виробництва від закордонних постачальників (імпорту сировини), але і підтримає вітчизняного виробника. Відомо, що цукор в Україні виробляється обсягом 6 млн. тон і споживається не тільки всередині країни, але і експортується за її межі. У виробництві цукрогліцериду передбачено використання рафінованого цукру з вмістом сахарози 99,9% з метою зменшення утворення можливих побічних продуктів.

Фізико-хімічні властивості: Густина 1,5879 г/см³ (15 °C). Кристали сахарози добре розчинні у воді (179 г на 100 г при 0 °C і 487 г при 100 °C), малорозчинні — у спиртах (1,2 г на 100 г при 20 °C), не розчинні в діетиловому ефірі. Сахароза кристалізується без води у вигляді великих моноклінних кристалів. Піддається гідролізу під дією кислот і ферменту сахарози. В результаті гідролізу розкладається на прості вуглеводи з утворенням молекули глюкози і молекули фруктози. Сахароза є невідновлюючим дисахаридом і не реагує з реактивами Толленса і Фелінга. Молекули сахарози не можуть існувати у відкритій формі, тому сахарозі не притаманні властивості альдегідів і кетонів [9].

Соняшникова олія – рослинна олія, видобута з насіння соняшнику. Україна посідає третє місце у світі за обсягом виробництва соняшникової олії, тому є експортером значної частину соняшникової олії в інші країни. Беручи до уваги той факт, що у великих масштабах починають вирощувати також високоолеїнові сорти соняшнику, з'являється й олія з підвищеним вмістом олеїнової кислоти, яка в свою чергу відноситься до групи кислот

Омега-9 і знижує рівень холестерину в крові та підвищує засвоюваність глюкози (попередження виникнення цукрового діабету).

Фізико-хімічні властивості: сира соняшникова олія має приємні запах і смак. Густина при 10 °С становить 920–927 кг/м³, температура застигання від –16 до –19 °С, кінематична в'язкість при 20 °С — 60,6 ×10⁻⁶ м²/с. Йодне число 119–136, гідроксильне число 2-10,6.

Жирно-кислотний склад соняшникової олії наведено у табл.1.2.

Таблиця 1.2

Жирно-кислотний склад соняшникової олії (літературні дані)

Жирні кислоти	Відсоток вмісту
1	2
Лінолева	46-62
Олеїнова	24-40
Пальмітинова	3,5-6,4
Стеаринова	1,6-4,6
Міристинова	до 0,1
Ліноленова	до 1
Архаїнова	0,7-0,9

Середня молекулярна маса жирних кислот 275–286 а. о. м. Вміст фосфоровмісних речовин, токоферолу, восків, вологи, летких речовин, не жирних домішок; величина кольорового числа, прозорості, перекисне число, температура спалаху, а також сорт — залежать від способу вичавлювання, екстракції і подальшої обробки олії і змінюються в широких межах.

Перевагою соняшникової олії також є відсутність у ній холестерину, оскільки олія є продуктом рослинного походження. Однак, багато

виробників олії соняшника у маркетингових цілях спеціально підкреслюють його відсутність [10].

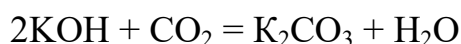
Диметилформамід (ДМФА) – органічна сполука з формулою $(\text{CH}_3)_2\text{NC}(\text{O})\text{H}$, широко використовується як розчинник органічних сполук.

Фізико-хімічні властивості: безбарвна досить в'язка рідина зі слабким специфічним «рибним» запахом через наявність продукту розкладу - диметиламіну. Кипить при температурі $153\text{ }^\circ\text{C}$ з частковим розкладанням, тому з метою зменшення токсичних домішок у кінцевому продукті режим видалення розчинника передбачає умови зниженого тиску. ДМФА подразнює слизові оболонки і шкірні покриви. Проникаючи в організм, уражає печінку і нирки. Отруєння можливі в результаті прийому речовини усередину, його всмоктування з поверхні шкіри або вдиханні парів. Орієнтовна смертельна доза 10 г. ГДК в повітрі робочої зони N, N-диметилформаміду - 10 мг/м^3 [11].

Поташ - неорганічна сіль з формулою K_2CO_3 , розчинна у воді і малорозчинна у органічних речовинах.

Фізико-хімічні властивості: карбонат калію K_2CO_3 , утворює безбарвні кристали, що плавляться при $891\text{ }^\circ\text{C}$ і добре розчинні у воді. Коефіцієнт розчинності K_2CO_3 (в г на 100 г води) дорівнює 111,0 при $20\text{ }^\circ\text{C}$ і 139,2 при $80\text{ }^\circ\text{C}$, щільність - $2,428\text{ г/см}^3$. У водних розчинах карбонату калію лужне середовище за рахунок гідролізу.

У наш час карбонат калію отримують взаємодією розчину гідроксиду калію KOH з діоксидом вуглецю CO_2 :



Поташ застосовують також в органічному синтезі як каталізатор деяких перетворень, у тому числі в реакції переестерифікації [12].

Етанол (спирт-ректифікат) – це етиловий спирт, отриманий ректифікацією спиртової браги або спирту-сирця. Містить 4,5% води, оскільки при перегонці утворює з водою азеотропну суміш. Звичайною

ректифікацією неможливо отримати спирт міцніше 95,6% по масі (97,1% за об'ємом).

Фізико-хімічні властивості: у звичайних умовах є безбарвною, легкою рідиною з характерним запахом і солодкувато-пекучий смаком. Густина етилового спирту $0,7905 \text{ г/см}^3$ при $20 \text{ }^\circ\text{C}$, він легше води. Є хорошим розчинником багатьох органічних речовин і деяких неорганічних солей. Типовий представник одноатомних спиртів. Горючий. Легко спалахує [13].

Кислота оцтова льодяна за звичайних умов є прозорою рідиною з різким запахом, замерзає при 17°C , за що і набула назву «льодяна». Отримують окисненням ацетальдегіду за наявності магнію ацетату (кобальту ацетату або купруму ацетату) або рідкофазним окисненням бутану.

Фізико-хімічні властивості: рН 2,4 (1М водний розчин), рН 2,9 (0,1 М водний розчин), рН 3,4 (0,01М водний розчин); $T_{\text{кип.}}$ — $118 \text{ }^\circ\text{C}$; константа дисоціації $pK_a = 4,76$; $T_{\text{спал.}}$ — $57 \text{ }^\circ\text{C}$ (у відкритій посудині); $T_{\text{пл.}} = 17 \text{ }^\circ\text{C}$; показник заломлення $n_{20D} = 1,3718$; густина — 1,045; змішується з етанолом, гліцерином, водою та оліями. Взаємодіє з речовинами лужної природи.

Кислота оцтова льодяна та розведена широко використовується у фармацевтичній та харчовій промисловості. Входить до складу фармацевтичних прописів та харчових продуктів як підкислювач; у комбінації з ацетатами, наприклад, натрію ацетатом застосовується як регулятор рН у складі буферних розчинів. Проявляє антибактеріальні та протигрибкові властивості [14].

1.5. Технологія виробництва

Цукрогліцериди одержують реакцією переестерифікації цукрози різними видами харчових жирів або олій (рис.1.5).

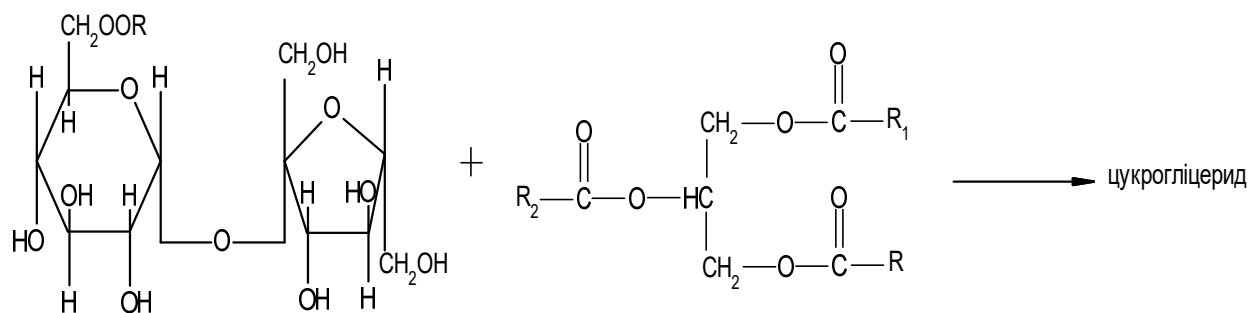


Рис.1.5 Спосіб отримання цукрогліцериду

Реакцію проводять при нагріванні до 110-130 °С та інтенсивному перемішуванні як без розчинника, так і у присутності розчинника. Як розчинники використовують ДМФА, циклогексан, ізобутанол, ізопропанол або етилацетат. Перевагами проведення реакції без розчинника є, по-перше, очевидна економія коштів на розчиннику, і, по-друге, відсутність необхідності позбавлятися залишків розчинника у кінцевому продукті (що є досить важкою задачею). Проте цукрово-жирова маса за температури менше 100 °С є достатньо в'язкою, що перешкоджає інтенсивному перемішуванню суміші і призводить до нерівномірного розподілу реагуючих речовин у об'ємі і локальним перегрівам суміші. Крім того, за цих умов поряд з цільовими перетвореннями відбуваються і побічні процеси, такі як карамелізація, що призводить до потемніння суміші.

Застосування розчинників для проведення реакцій переестерифікації має свої переваги, проте ефективність і тривалість процесу залежать як від типу розчинника, так і від його кількості. Наприклад, використання у якості розчинника етилового або пропілового спиртів є безпечним для здоров'я людини, проте лімітуючою стадією процесу переестерифікації у цих розчинниках є швидкість розчинення вихідних сполук. Проте, використання ДМФА, у якому добре розчиняються сахароза, жир і продукти реакції, вимагає більш ретельних методів очищення продукту від токсичних домішок розчинника і продуктів його термічного розкладу.

У якості каталізатора використовують калій карбонат, тому у кінцевому продукті, крім естерів сахарози, моно-, ди- і тригліцеридів було виявлено незначну кількість калієвих солей жирних кислот (мило).

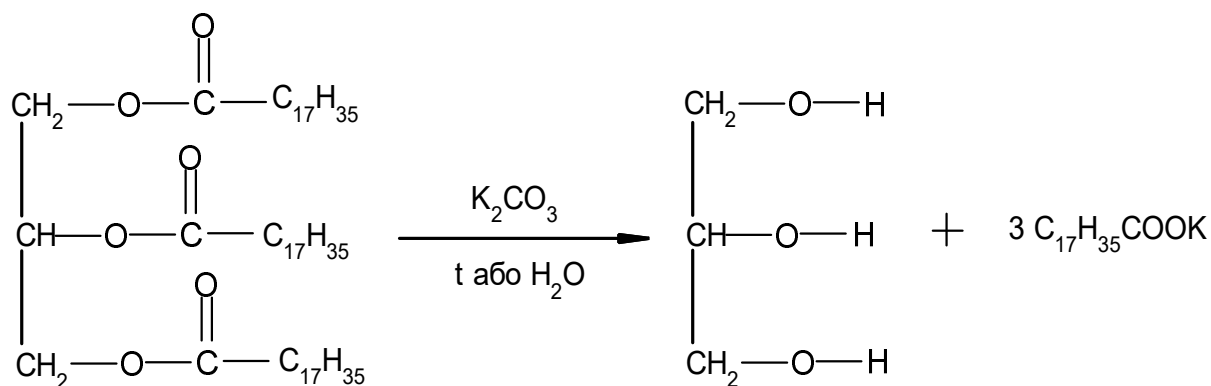


Рис.1.6 Схема утворення калієвих солей жирних кислот

Сахароза (рис.1.7) являє собою багатоатомний спирт з вісьмома гідроксильними групами, з яких три є первинними (CH_2OH) і п'ять вторинними. Три первинні гідроксили у молекулі сахарози є найбільш реакційноздатними і першими беруть участь у реакціях переестерифікації з жирами, утворюючи моно-, ди- і триестери. Тому, теоретично можливе утворення ацильованих похідних сахарози, що містять від одного до восьми залишків жирних кислот.

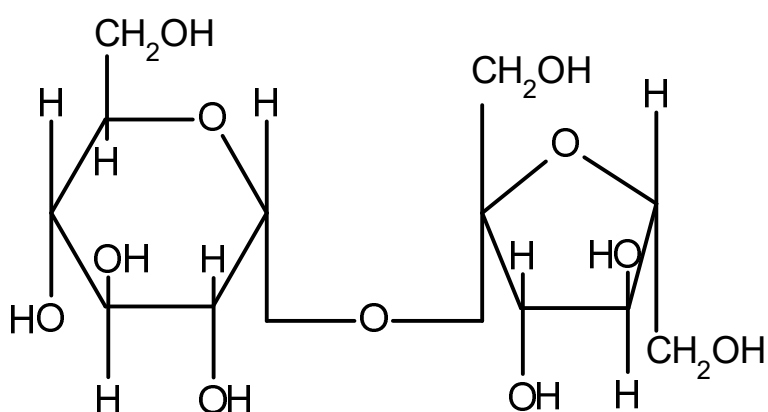


Рис.1.7 Структурна формула сахарози

Хімічний склад кінцевого продукту регулюють змінюючи співвідношення сахарози і жиру, тривалість нагрівання і температуру суміші. Крім того, насиченість і довжина карбонових ланцюгів жирних кислот, які

входять до складу жиру, також впливають на властивості кінцевого цукрогліцериду.

Наприклад, при використанні насичених жирів одержанні цукрогліцериди набувають напівтвердої консистенції, що полегшує їх транспортування та наступне дозування. Зменшення вмісту тетра-, пента-, гекса-, гепта- і октазаміщених похідних сахарози досягають, використовуючи надлишок сахарози порівняно з жиром та значну кількість розчинника.

Синтез цукрогліцеридів, відповідно до наведених у літературі методик, передбачає використання токсичних речовин у якості розчинника, таких як піридин або ДМФА, одержання добавки Е474 з метою подальшого використання у харчовій і косметичній промисловості вимагає обов'язкового ефективного очищення від токсичних домішок методом кристалізації із розчинників, дозволених для використання на харчових виробництвах [15].

Одним із способів одержання цукрогліцеридів, який може бути реалізований у промисловості, є взаємодія сахарози з жиром при нагріванні у розчинні ДМФА в присутності каталізатору калій карбонату (поташу) з наступним видаленням розчинника за умов зниженого тиску.

Перевагою даного методу є висока розчинність обраних компонентів у ДМФА, в порівнянні з іншими розчинниками, а отже і отримання більшої кількості цільового продукту на виході.

Цим методом отримують суміш, що містить естери цукрози різного ступеню заміщення, вільну сахарозу, сліди калієвого мила, моно- і дигліцериди, вільний гліцерин, карбонат калію.

Реакційну масу після повної відгонки розчинника в вакуумі оброблюють етанолом та відправляють на фільтрування з подальшою кристалізацією і висушуванням до сталої маси [16].

Загальний вміст естерів у кінцевому продукті становить 40-60%, вільної сахарози – не більше 5%, вільних вищих карбонових кислот – не більше 3%, диметилформаміду – не більше 1 мг/кг [1].

1.6. Сфери застосування

Цукрогліцериди можна виявити у напоях на основі молока, ароматизованих та/або ферментованих напоях (наприклад, шоколадне молоко, какао, яєчний напій, питний йогурт, напої на основі сироватки), відбілювачах напоїв, десертах на основі молока (наприклад, морозиві, фруктовому або ароматизованому йогурті), щербетах і сорбетах, на поверхні оброблених свіжих фруктів, десертах на фруктовій основі, сумішах какао (порошки та сиропи), десертах на основі жувальної гумки, крупах та крохмалях (наприклад, рисовий пудинг, пудинг з тапіоки). Крім того, добавка E474 може міститися у термічно обробленому м'ясі, птиці та продуктах дичини на цілих шматочках або розрізах, десертах на основі яєць (наприклад, заварний крем), супах та бульйонах, соусах, дієтичних продуктах медичного призначення, у тому числі продуктах для немовлят і дітей молодшого віку, продуктах для зниження ваги [17].

До прикладів застосування цукрогліцеридів у харчовій промисловості можна віднести:

- 1) Грибні та сирні соуси. Грибні та сирні соуси - приклади емульгованих соусів з рН вище 4,5. З метою збільшення терміну зберігання соус стерилізують. Такі труднощі, як нестабільність та формування кольору, що виникають при стерилізації, можна звести до мінімуму за допомогою цукрогліцеридів з ГЛБ 15. Вони покращують емульсію, забезпечуючи невеликий розмір крапельок олії. Це не тільки покращує стабільність зберігання, але і зовнішній вигляд (білість).
- 2) Майонез. У традиційному майонезі яєчний жовток використовується як природний емульгатор. Яєчний жовток - це природна сировина, яка схильна до коливань ціни та якості, і їй не завжди надається перевага через її вміст холестерину, ризик сальмонели та алергенний потенціал. Використовуючи цукрогліцериди як замітник яєчного жовтка, можна зробити вільний від холестерину продукт, схожий на майонез.

- 3) Карамель та цукерки. Жири та олії можуть відокремлюватися від карамельної суміші на завершальних стадіях кип'ятіння (125°C). Використання емульгатора E474 не тільки запобігає поділу жирів та олій, але й запобігає адгезії до форм або деталей різальних машин. Емульгатор також може зменшити адгезію до обгорткових матеріалів і зменшити клейкість при високій температурі і вологості [5].
- 4) Печиво. Спроби знизити вміст жиру в печиві зазвичай призводять до зміни характеристик тіста. Потреба зниження жиру в харчових продуктах призвела до вживання цукрогліцеридів для отримання печива, що має знижений рівень жиру. Твердість, внаслідок зменшення жиру в печиві, відносять до агломерації цукру. Жир досягає мінімуму там, де він не може повністю покрити весь доступний цукор, а це призводить до підвищення цукрових агломератів і підвищеної твердості. Цукрогліцериди знижують ймовірність утворення цих сполук.
- 5) Морозиво. Морозиво - класичний продукт, що вимагає використання емульгаторів. Це емульсія, що насичена газом, яка потребує високоефективних емульгаторів для досягнення високої якості продукту та терміну придатності. Емульгатори використовуються для зменшення часу заморожування, щоб покращити якість збивання і отримати сухе морозиво з текстурою, яка плавиться повільно і рівномірно. Цукрогліцериди знижують поверхневий натяг рідкого морозива. Це призводить до зменшення розмірів жирових кульок при аналогічних умовах гомогенізації [7].

1.7. Методи оцінки якості цукрогліцеридів

За наявності вологи і як результат побічних процесів при одержанні цукрогліцеридів, крім цільових продуктів переестерифікації, накопичуються продукти гідролізу – калієві солі вищих карбонових кислот (мила), незначна частина яких залишається у готовому продукті у вигляді калієвих солей або

вільних жирних кислот після нейтралізації реакційної суміші. Наявність цих домішок у складі добавки E474 впливає на її властивості, тому з метою оцінки відповідності стандартам якості необхідно вимірювати водневий показник, який має бути менший за 7, і визначити кислотне число цукрогліцериду.

Вимірювання рН-показника цукрогліцериду проводять у 5%-му розчині емульгатора. Значення показника рН в межах 6,5–6,8 свідчить про відсутність мила у продукті.

Кислотне число визначають методом титрування. Наважку цукрогліцериду розчиняють і титрують стандартним розчином калій гідроксиду у присутності фенолфталеїну в якості індикатора. Кислотне число має бути меншим за 6 мг КОН/1 г цукрогліцериду.

Для розділення цукрогліцеридів на моно-, дигліцериди, а також на моно- і диестери сахарози і їх подальшого кількісного визначення використовують високоефективну рідинну хроматографію (ВЕРХ) з оберненою фазою і мас-спектрометричний метод ідентифікації (МС) [18].

Синтез цукрогліцеридів, відповідно до наведених у літературі методик, передбачає використання токсичних речовин у якості розчинника, таких як піридин або ДМФА, одержання добавки E474 з метою подальшого використання у харчовій і косметичній промисловості вимагає обов'язкового ефективного очищення від токсичних домішок методом кристалізації із розчинників, дозволених для використання на харчових виробництвах.

РОЗДІЛ 2. ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА

2.1. Дослідження цукрогліцеридів методом ICP/MS

У більшості випадків об'єктами аналізу в ICP/MS є водні розчини. Тверді проби розчиняють із застосуванням кислот і потім аналізують. Найбільш сприятливим середовищем для аналізу є розбавлена азотна кислота з концентрацією близько 2%.

В силу необхідності підтримки в розчині деяких елементів, таких як золото і платиноїди, олово і ін., в зразки додають соляну кислоту.

Однак наявність хлорид-іона в розчині призводить до виникнення поліатомних спектральних накладень, тому соляну кислоту намагаються використовувати тільки в разі потреби.

Ще більші проблеми виникають при аналізі проб, що містять сірчану і/або фосфорну кислоту. Ці кислоти навіть при відносно низькій концентрації істотно підвищують в'язкість розчину і знижують ефективність розпилення зразка, а присутність сірки і фосфору породжує численні поліатомні іони, що заважають.

Присутність великої кількості фтороводневої кислоти в пробах виключається в тому разі, коли прилад не обладнаний системою введення зразка, виготовленою зі стійких до HF матеріалів. Допускається додавання в пробу невеликих кількостей HF (менш 0,2-0,3%) для стабілізації розчинів деяких елементів при використанні кварцових або скляних елементів системи введення зразка. Якщо потрібно аналізувати проби з високим вмістом HF, то прилад комплектується системою введення зразка, виготовленою зі стійких до фтороводневої кислоти матеріалів (фторопласт, корунд). Слід також зазначити, що фтороводнева кислота сприяє прискоренню корозії конусів інтерфейсу, особливо смплера, тому для аналізу проб з високою концентрацією HF рекомендується використовувати конуси з платиновим наконечником.

Одним з обмежень методу ICP/MS є концентрація розчиненої речовини в аналізованому розчині. Висока концентрація мінеральної основи в уже згадуваному розчині викликає так званий матричний ефект, що виявляється, як правило, в заниженні результатів вимірювань.

Безпосередній аналіз твердих зразків може бути проведений з використанням пристрою лазерного пробовідбору (лазерної абляції) або електротермічного випарника.

Основи методу: досліджуваний розчин за допомогою перистальтичного насоса подається в розпилювач, в якому потоком аргону перетворюється в аерозоль. Аерозоль через центральний канал плазмового пальника потрапляє в плазму, де під впливом високої температури (7000-8000 К) речовини, що містяться в пробі, дисоціюють на атоми і іонізуються. Утворені позитивно заряджені іони проходять через систему іонної оптики в аналізатор, де відбувається фільтрація іонів по відношенню маси до заряду (m/z) і детектування інтенсивності іонного потоку. В результаті спектрометр видає інтенсивність сигналу на заданому m/z [19].

2.2. Дослідження цукрогліцеридів абсорбційною спектрометрією

Абсорбційна спектроскопія в ультрафіолетовій і видимій областях - перший спектральний метод, який знайшов широке застосування для дослідження органічних сполук. Хоча в даний час цей вид спектроскопії поступив свою лідируючу позицію іншим фізичним методам визначення будови молекул, його гідність і зараз не викликає сумнівів.

Спектри поглинання в ультрафіолетовій (УФ-спектри) і видимій областях зумовлені енергетичними переходами між електронними станами молекули, в зв'язку з чим їх також називають електронними спектрами.

Електронні спектри поглинання, як і інші методи молекулярної спектроскопії, застосовуються для вирішення найрізноманітніших завдань при дослідженні будови і властивостей органічних сполук і їх кількісному

аналізі. Це: визначення структури та ідентифікація речовин, контроль їх чистоти, вивчення кінетики і механізму хімічних реакцій, кількісне визначення складу одно- і багатокomпонентних систем, вимірювання констант дисоціації кислот і основ, дослідження процесів комплексоутворення і т.д.

Кожен електронний стан молекули характеризується деяким інтервалом значень енергії, пов'язаних з коливальним рухом молекули. Тому будь-якому електронному переходу в спектрі відповідає широка смуга поглинання. При зйомці спектра в газовій фазі, як правило, вдається виявити коливальну структуру електронного переходу (в такому випадку смуга поглинання виглядає як система близько розташованих вузьких смуг), але при отриманні спектра в конденсованій фазі дуже часто (але не завжди) тонка структура смуги повністю зникає внаслідок прояву міжмолекулярних взаємодій.

Електронні спектри (ближня ультрафіолетова і видима області) характеризують тільки пов'язані системи кратних зв'язків, ароматичні структури, функціональні групи з гетероатомами. В межах цих фрагментів, які є "хромофорами", метод дає цінну інформацію, включаючи деякі дані про конфігурацію і ступені розгалуженості скелета. Однак ніяких даних про структуру віддалених від хромофорних частин молекули, граничних з'єднань і з'єднань з ізольованими подвійними або потрійними вуглець - вуглецевими зв'язками електронна спектроскопія не дає [19].

РОЗДІЛ 3. ОТРИМАННЯ ЦУКРОГЛІЦЕРИДІВ В ЛАБОРАТОРНИХ УМОВАХ

3.1. Вивчення хімічного складу соняшникової олії методами ГРХ та ЯМР

Перед початком експерименту було визначено фізико-хімічні показники і методом ГРХ жирнокислотний склад соняшникової олії, використаної для одержання цукрогліцериду (табл.3.1 і 3.2).

Таблиця 3.1

Фізико-хімічні показники рафінованої соняшникової олії

Назва показника	Результат
1	2
Кислотне число, мг КОН/г	0,3
Йодне число, мг I ₂ /г	9
Точка димлення	236

Таблиця 3.2

Жирнокислотний склад рафінованої соняшникової олії (%)

згідно даних газорідинної хроматографії

Назва кислоти	Вміст (%)
1	2
C14:0 Міристинова кислота	2,5
C16:0 Пальмітинова кислота	6
C16:1 Пальмітолеїнова кислота	0,2
C18:0 Стеаринова кислота	2,2
C18:1 Олеїнова кислота	28,3
C18:2 Лінолева кислота	59,7
C18:3 Ліноленова кислота	0,2
C20:0 Арахідонова кислота	0,3
C20:1 Гадоленова кислота	0,1
C22:0 Бегенова кислота	0,5

Хімічний склад олії соняшника також було доведено методом ЯМР ^1H спектроскопії. У спектрі вихідного зразка рафінованої соняшникової олії (рис.3.1) спостерігаються сигнали, характерні для протонів гліцеринового фрагменту, а також протонів у скелетах олеїнової і лінолевої кислот (табл. 3.3), що узгоджується з результатами, одержаними методом ГРХ і літературними даними щодо жирнокислотного складу олії соняшника [20].

Інтегрування сигналів спектрів проводили відносно сигналів CH_2 груп гліцеринового фрагменту при 4.15 і 4.30 м. д., зважаючи, що площа кожного з цих сигналів відповідає двом атомам гідрогену.

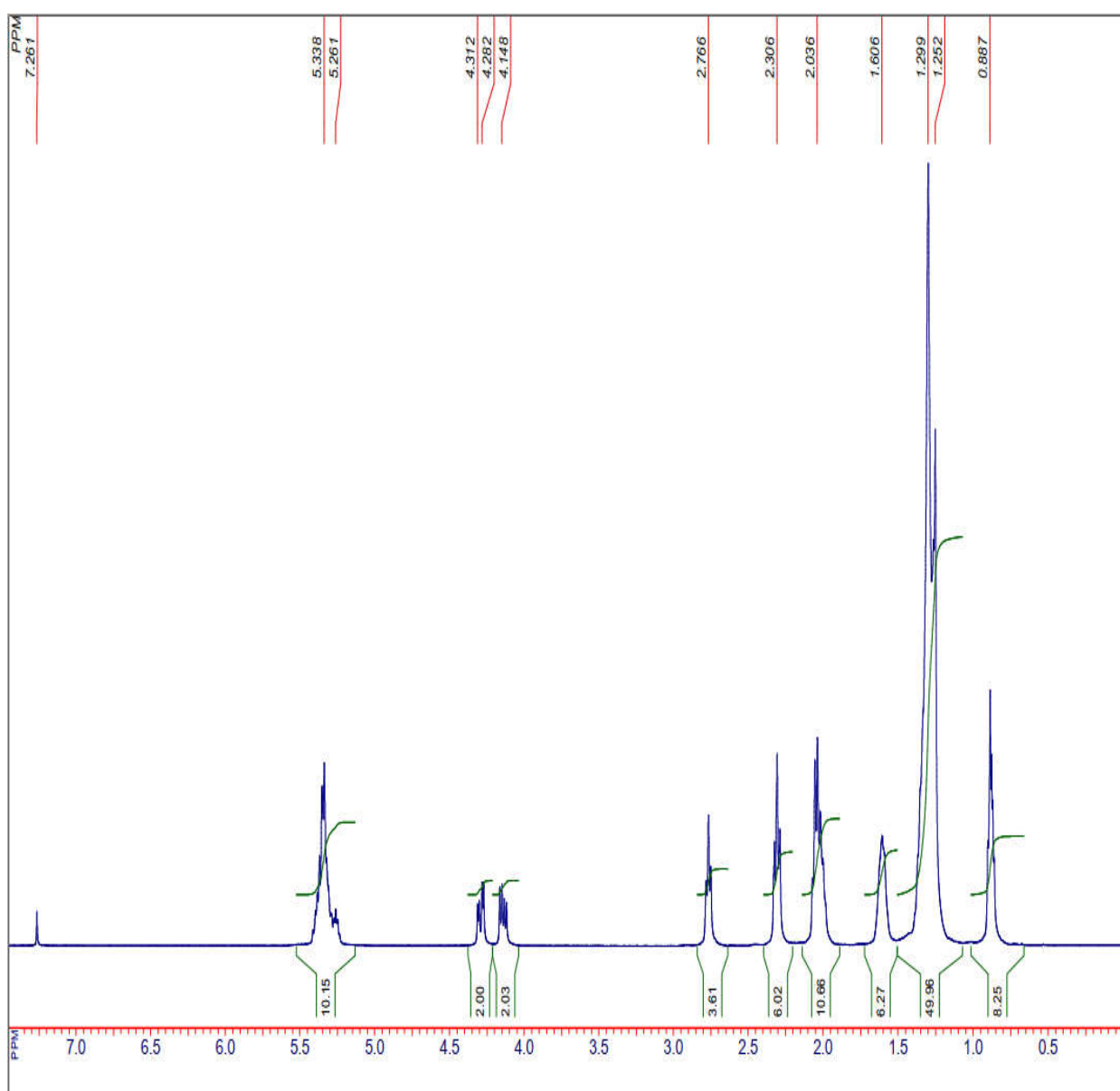


Рис.3.1 Спектр ЯМР ^1H зразка соняшникової олії

Таблиця 3.3

Хімічні зсуви протонів тригліцеридів соняшникової олії у ЯМР ^1H спектрах

Номер	Атомне угруповання	Хімічний зсув протонів гліцератів (м. д.)	
		Олеїнової кислоти	Лінолевої кислоти
1	2	3	
1	$-\text{CH}_3$	0.82 – 0.96 (дд.)	0.81 – 0.94 (дд.)
2	$-\text{CH}_2-$	1.16 – 1.43 (м.)	1.16 – 1.43 (м.)
3	$-\text{CH}_2-\text{C}-\text{CO}_2$	1.51 – 1.70 (м.)	1.51 – 1.70 (м.)
4	$-\text{C}-\text{CH}_2-\text{C}=\text{C}-$	1.91 – 2.11 (м.)	1.85 – 2.15 (м.)
5	$-\text{CH}_2-\text{CO}_2-$	2.21 – 3.38 (м.)	2.25 – 2.39 (м.)
6	$-\text{C}=\text{C}-\text{CH}_2-\text{C}=\text{C}-$	-	2.69 – 2.88 (т.)
7	$-\text{C}-\text{CH}_2-\text{O}-\text{CO}-\text{C}$	4.08 – 4.21 (дд.)	4.08 – 4.21 (дд.)
8	$-\text{C}-\text{CH}_2-\text{O}-\text{CO}-\text{C}$	4.22 – 4.36 (дд.)	4.22 – 4.36 (дд.)
9	$-\text{CH}(-\text{C}-\text{O}-\text{CO}-\text{C}-)_2$ + $\text{C}-\text{HC}=\text{CH}-\text{C}$	5.13 – 5.43 (м.)	5.13 – 5.43 (м.)

Мультиплетність сигналів: с., синглет; д., дублет; дд., дублет дублетів, т., триплет; м., мультиплет

3.2. Розробка і опис функціональної схеми

Підготовка сировини полягає у відважуванні необхідної кількості вихідних сполук (згідно патенту [15]), а саме: цукор – 68 кг, соняшникова олія – 87,09 кг, поташ – 5,30 кг, ДМФА – 794,81 кг.

На першій стадії при температурі 80-85 °С відбувається розчинення компонентів у середовищі ДМФА в присутності поташу (рис.3.2). Далі суміш гріється і постійно перемішується протягом 12 годин за температури 95-97 °С для забезпечення максимальної однорідності та розчинення компонентів у ДМФА.



Рис.3.2 Отримання цукрогліцериду в лабораторних умовах

Оскільки емульгатор призначається для використання в харчовій та косметичній промисловості, то необхідно надзвичайно ефективно та відповідально підійти до вирішення питання його очистки від сторонніх домішок, що утворюються під час реакції. Саме тому до отриманої суміші додається льодяна оцтова кислота з надлишком 10% для нейтралізації поташу, що залишився з подальшим утворенням ацетату калію, води та вуглекислого газу. З метою запобігання небезпечної ситуації (щоб кислота не почала вибризкувати з розчину) суміш охолоджується до температури 20-25 °С протягом 3 годин, а потім додається кислота. Реакція проходить приблизно годину.

Найбільш енергоємною є наступна стадія – видалення розчинника методом випаровування. Під час неї можна випарити близько 90% ДМФА, що є важливим ступенем очистки цільового продукту реакції від допоміжних речовин і сполук, що можуть утворитися в результаті взаємодії ДМФА з іншими компонентами суміші. Випаровування розчинника проводять за умов зниженого тиску. Найбільш відповідним апаратом для цієї стадії є вакуум-

випарна установка. Окрім ДМФА випарюються також вода, що утворилася під час реакції та надлишок оцтової кислоти, що була додана на попередній стадії. Умови проведення реакції: тиск 7 кПа, температура – 80 °С, час – 4 години. Після видалення основної кількості розчинника залишки реакційної маси набувають напівтвердої консистенції (рис. 3.3).



Рис.3.3 Цукрогліцериди після випарювання

Обов'язковою є стадія охолодження суміші до 40 °С, тому що додавати етанол на стадії екстракції до суміші, що має температуру 80 °С не є доцільним, оскільки розчинник випариться (температура кипіння спирту 78 °С). Охолодження відбувається протягом 2 годин і суміш стає надзвичайно в'язкою.

За цієї ж температури (40 °С) до реакційної маси додають етанол і перемішують протягом 30 хвилин. Потім суміш нагрівають до 70-75 °С протягом 1 години для розчинення ДМФА у спирті, а також певної кількості цукру та забезпечення однорідності. Після чого усе відправляють на перше фільтрування. Фільтрують за такої ж температури протягом 2 годин. Основною речовиною, яка піде на наступну стадію є отриманий фільтрат, а у відфільтрованому осаді залишаються калій ацетат, залишки сахарози, що не розчинилися.

Стадія першої кристалізації відбувається за температури 15-20 °С протягом 10 годин, за які фільтрат розділяється на осад, що випадає у вигляді кристалів і є цільовим продуктом (суміш естерів цукрози, моно- та дигліцеридів, цукру та олії), а також рідину над осадом, що містить у собі невелику кількість естерів цукрози, моно- та дигліцеридів, ДМФА, гліцерин, спирт та олію з цукром. Осад подають на стадію перекристалізації.

Перекристалізація є важливою стадією, оскільки за її допомоги здійснюється додаткове очищення продукту, і, як наслідок, підвищується якість емульгатора. За температури 40 °С до отриманих кристалів додають етанол і екстрагують протягом 30 хвилин. Потім суміш нагрівають до 70-75 °С протягом 1 години для розчинення певної кількості цукру та забезпечення однорідності. Після чого усе відправляють на друге фільтрування. Фільтрують за такої ж температури протягом 2 годин. Основною речовиною, яка піде на наступну стадію є отриманий фільтрат, а в осад потрапляють залишки жиру та залишки сахарози, що не розчинилися.

Стадія другої кристалізації відбувається за температури 15-20 °С протягом 10 годин, за які фільтрат розділяється на осад, що випадає у вигляді кристалів і є цільовим продуктом (суміш естерів цукрози, моно- та дигліцеридів, цукру та олії), а також рідину над осадом, що містить у собі невелику кількість естерів цукрози, моно- та дигліцеридів, ДМФА, спирт та олію з цукром. І фільтрат, і осад подають на основного фільтрування.

Основне фільтрування відбувається за тих самих температурних умов, що й кристалізація. Протягом 2 годин рідина, що була над осадом відділяється від осаду й видаляється, а сам осад переходить до стадії сушіння.

Процес сушіння відбувається за допомогою подачі потоку нагрітого повітря (90-95 °С). Сушіння відбувається за температури 40-50 °С протягом 12 годин. З продукту видаляється зайва вода та етанол у вигляді пари. Після закінчення процесу готова добавка відправляється у збірник і на пакування (рис.3.4).



Рис.3.4 Отримана експериментальна добавка E474

Схему процесу наведено на рисунку 3.5:

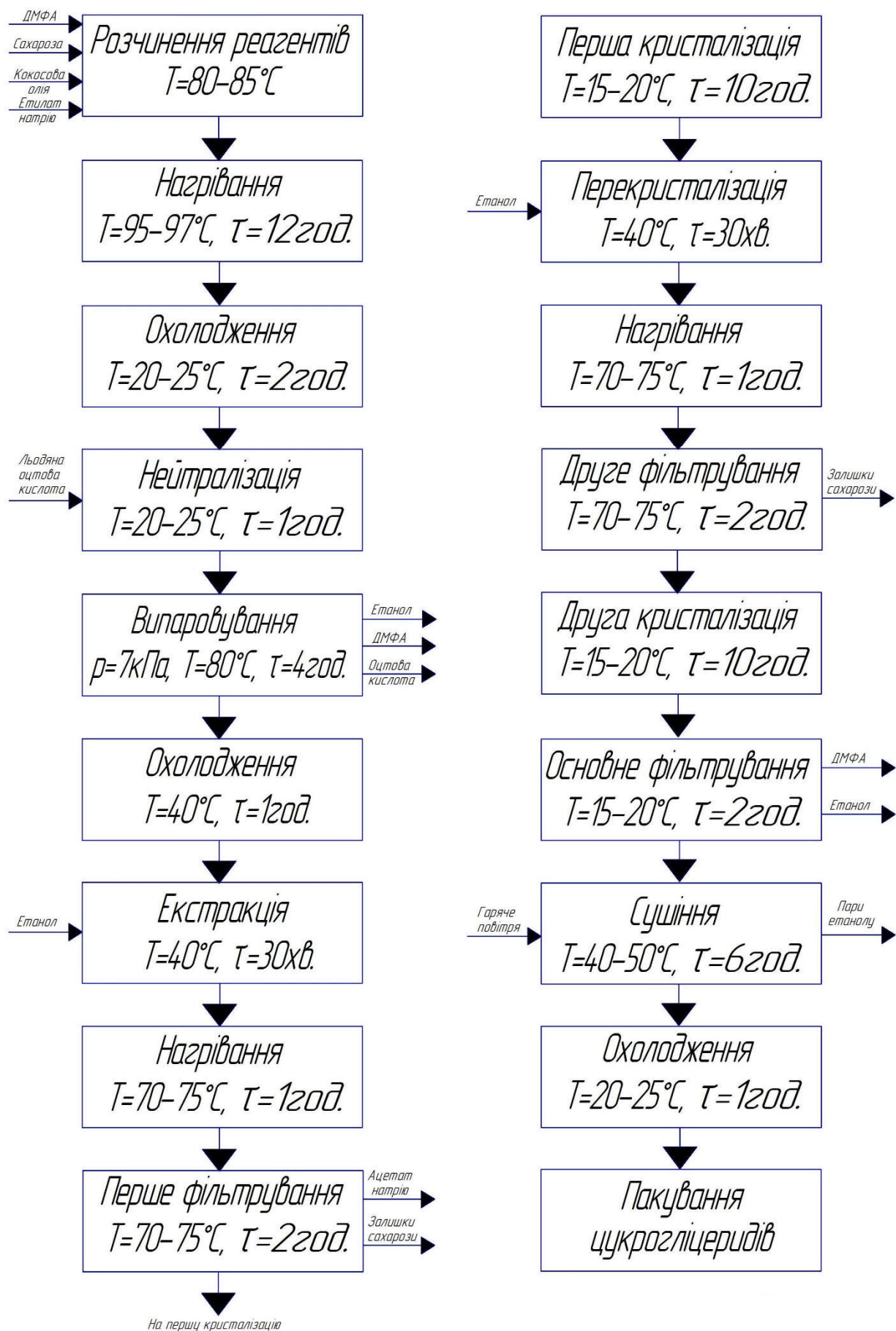


Рис.3.5 Функціональна схема виготовлення добавки E474

3.3. Елементний аналіз цукрогліцеридів методом ІСР/MS

Об'єкт дослідження: цукрогліцериди, маса сухого залишку насиченого водного розчину цукрогліцеридів - 150 мг, *обсяг розчину* 200 мл, *метод визначення мікроелементного складу* ІСР/MS.

Перших три колонки - результати визначення зазначених елементів (три повтори одних і тих же результатів) виражені в мкг/л. У наступній колонці представлено середньоарифметичне значення з трьох експериментальних значень. У наступній колонці представлено підкореневий вираз. У наступній колонці представлено значення кореня квадратного з підкореневого значення, тобто величина середньоквадратичного відхилення або дисперсія s . У наступній колонці представлено значення величини середньоквадратичного відхилення або дисперсії s , вираженої в %. Результати досліджень необхідно представити у вигляді $\bar{X} \pm s$ (%).

Розрахунок даних проводився за наступними формулами:

- 1) Середнє арифметичне \bar{x} значень експериментальних даних:

$$\bar{x} = \frac{x_1 + x_2 + x_3 + \dots + x_n}{n}$$

- 2) Стандартне відхилення, що виявляє відтворюваність методу, яким були одержані результати:

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

- 3) Відносне стандартне відхилення:

$$S_n = \frac{S * 100}{\bar{x}} \%$$

- 4) Довірительні межі, в яких знайдене значення повинне відповідати дійсному вмісту визначеного компонента зразка:

$$\bar{x} + \frac{t * S}{\sqrt{n}} > x > \bar{x} - \frac{t * S}{\sqrt{n}}$$

- 5) Коефіцієнт кореляції:

$$r_{x,y} = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x}) * (y_i - \bar{y})}{\sqrt{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2 * \sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2}}$$

6) Середнє відхилення \bar{d} (середнє арифметичне окремих відхилень від середнього значення):

$$\bar{d} = \frac{1}{n} * [|x_1 - \bar{x}| + |x_2 - \bar{x}| + |x_3 - \bar{x}| + \dots + |x_n - \bar{x}|]$$

7) Відносне середнє відхилення

$$s_n = \frac{\bar{d}}{\bar{x}} * 100 \%$$

$$R_{XY} = \frac{\sum X_i Y_i - n \bar{X} \bar{Y}}{\sqrt{(\sum X_i^2 - n \bar{X}^2)(\sum Y_i^2 - n \bar{Y}^2)}}$$

Результати отриманих даних наведені в таблиці 3.4.

Таблиця 3.4

Результати досліджень, отримані методом ICP/MS

Елемент	Три послідовних досліді			Середнє значення	Підкореневий вираз	s	X _{сер} ±s, %
	№1	№2	№3				
1	2	3	4	5	6	7	8
<i>Li</i>	0.153	0.150	0.127	0.144	0,0002	0,014	10,02
<i>Be</i>	0.004	0.001	0.003	0.003	1,2893	0,001	41,70
<i>Al</i>	3.203	3.047	1.529	2.593	0,8552	0,925	35,66
<i>V</i>	0.006	0.006	0.006	0.006	1,6186	0,001	1,99
<i>Cr</i>	1.244	1.087	0.754	1.028	0,0625	0,250	24,31
<i>Mn</i>	0.655	0.624	0.328	0.536	0,0326	0,181	33,71
<i>Co</i>	0.013	0.016	0.008	0.012	1,8524	0,004	34,30
<i>Ni</i>	0.384	0.393	0.168	0.315	0,0163	0,128	40,52
<i>Cu</i>	10.320	8.121	7.026	8.489	2,8142	1,677	19,76
<i>Zn</i>	6.840	6.029	3.180	5,350	3,6950	1,922	35,93
<i>Ga</i>	0.025	0.025	0.011	0,020	6,3858	0,008	39,18
<i>As</i>	0.507	0.501	0.286	0,431	0,0158	0,126	29,11
<i>Se</i>	1.069	0.534	1.170	0,924	0,1166	0,341	36,94
<i>Rb</i>	0.138	0.129	0.070	0,112	0,0014	0,037	32,80
<i>Sr</i>	1.844	2.317	1.238	1,800	0,2925	0,541	30,05
<i>Ag</i>	0.012	0.009	0.009	0,010	2,0133	0,001	14,13

Продовження таблиці 3.4

1	2	3	4	5	6	7	8
<i>Cd</i>	0.006	0.004	0.005	0,005	1,0773	0,001	20,19
<i>In</i>	0.004	0.004	0.005	0,004	7,6369	0,001	6,10
<i>Cs</i>	<0.01	<0.01	<0.01				
<i>Ba</i>	0.676	0.775	0.460	0,637	0,0260	0,161	25,33
<i>Tl</i>	0.068	0.048	0.043	0,053	0,0002	0,013	24,81
<i>Pb</i>	0.162	0.172	0.079	0,138	0,0026	0,051	37,26
<i>Bi</i>	0.001	0.001	0.001	0,001	2,8169	0,001	24,42
<i>U</i>	0.012	0.009	0.010	0,010	2,3660	0,002	14,94

3.4. Дослідження цукрогліцеридів абсорбційною спектроскопією

За допомогою абсорбційної спектроскопії було отримано спектри поглинання в УФ-області спектру від 400 нм до 10 нм. Спектр наведено на рис.3.6. Хоча метод УФ-спектроскопії є досить поширеним і відносно легким, але його недостатньо для встановлення структури аналізованої добавки, оскільки як видно з наведеного рисунку, цукрогліцериди не містять сполук, які мали б хромофорні групи. Саме тому емульгатор Е474 потрібно в подальшому перевіряти такими методами, як: ІЧ-спектроскопія, ЯМР-спектроскопія та ЕПР-спектроскопія.

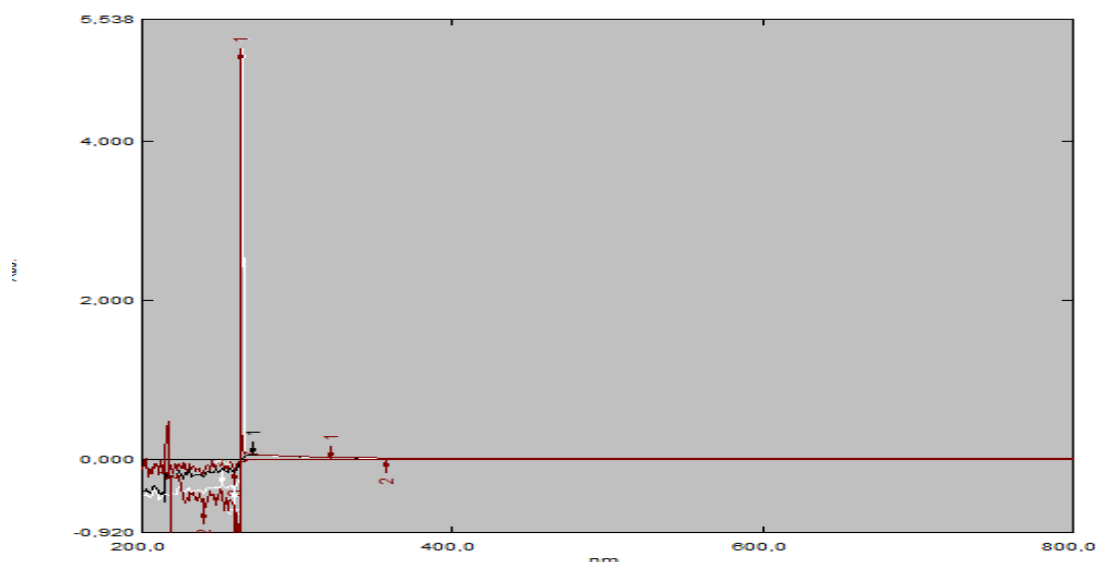


Рис.3.6 Спектр поглинання цукрогліцеридів

ВИСНОВКИ

- 1) За результатами огляду науково-технічної літератури було охарактеризовано фізико-хімічні властивості цукрогліцеридів, на основі чого робилися висновки щодо сфери їх застосування та вплив на організм людини, що підтверджувалося літературними даними.
- 2) Основними компонентами для виробництва емульгатора є: цукор, жир, ДМФА та поташ. В залежності від обраного жиру змінюється жирно-кислотний склад добавки і співвідношення естерів цукрози, моно- та дигліцеридів, що в свою чергу впливає на функціональні властивості добавки.
- 3) Важливим фактором виробництва даної добавки є її безпечність. Тому особлива увага була приділена вивченню існуючих методів очистки цукрогліцеридів від розчинника, а також їх вдосконаленню.
- 4) Розроблено та описано функціональну схему виробництва добавки E474 з використанням сировини вітчизняного походження, що не тільки зменшить залежність виробництва від імпортерів сировини, але і сприятиме розвитку вітчизняного сільського господарства.
- 5) Проаналізовано склад цукрогліцеридів методом ICP/MS. Встановлено, що в добавці в великій кількості містяться такі елементи, як: Cu, Zn, Al, Cr. Вміст усіх речовин в цукрогліцеридах знаходиться в межах норми, тому можна зробити висновок про безпечність добавки. Також було проаналізовано емульгатор за допомогою абсорбційної спектроскопії з УФ-детектором, але склад добавки за допомогою цього методу з'ясовано не було, оскільки цукрогліцерида не містять речовин, що мають хромофорні групи.

СПИСОК ВИКОРИСТАНОЇ ЛІТЕРАТУРИ

1. Ластухін О.Ю., Харчові добавки. Е-коди, будова, одержання, властивості / О.Ю. Ластухін // Навч. Посібник. – Львів центр Європи, 2009. 836 с.
2. M Scotter. Development of a method for sucrose esters (E473) and sucroglycerides (E474) additives in foods / M Scotter, D Roberts. // Food Standards Agency Aviation House. – 2005. – С. 47.
3. Каднай О.С. Вплив харчових стабілізаторів на організм людини / Каднай О.С., Горбач Т.В., Мартинова С.М.. // Харківський національний медичний університет. – 2018. – С. 34–36.
4. Грицюк О. Емульгатори, як харчові добавки їх властивості та застосування / Грицюк О., Джур Я.Б.. // Тернопільський національний технічний університет імені Івана Пулюя. – 2010. – С. 340.
5. Viggo Norn. Emulsifiers in Food Technology / Viggo Norn. – Juelsminde, Denmark: Wiley Blackwell, 2015. – 358 с. – (2).
6. Del Vecchio, A.J., Emulsifiers and their use in soft wheat products, *Baker's Dig.*, 1975, 49(4), 28.
7. Robert J. Whitehurst. Emulsifiers in Food Technology / Robert J. Whitehurst. – Northampton, UK: Blackwell Publishing, 2004. – 261 с.
8. Сахароглицериды [Електронний ресурс] – Режим доступу до ресурсу: <https://prodobavki.com/dobavki/E474.html>.
9. Скурихин И. М., Нечаев А. П. Все о пище с точки зрения химика: Справ. издание. — М.: Высш.шк. 1991. — 288 с.
10. Соняшникова олія [Електронний ресурс] – Режим доступу до ресурсу: https://uk.wikipedia.org/wiki/Соняшникова_олія.
11. Вайсбергер А. Органические растворители / Вайсбергер А., Проскауэр Э., Риддик Дж.. – Москва: Изд- во ИЛ, 1958. – 505 с.

12. Лидин Р.А. Химические свойства неорганических веществ / Лидин Р.А., Молочко В.А., Андреева Л.Л. – Москва: Химия, 2000. – 480 с. – (3).
13. Электронный справочник: химические и физические свойства: этиловый спирт [Электронный ресурс] – Режим доступа до ресурсу: http://www.chemport.ru/chemical_substance_3.html.
14. Кислота оцтова льодова [Электронный ресурс] – Режим доступа до ресурсу: <https://www.pharmencyclopedia.com.ua/article/3519/kislota-octova-lodova>.
15. Патент 190880, УДК 547.458.233.32 (088.8) Описание изобретения к авторскому свидетельству/ Меннинг А.Р., Жаркова И.М.; Заявитель Всесоюзный научно-исследовательский институт жиров ; заявл. 24.XII.1963; опубл. 14.1.1.1967, Бюл. №3.
16. Юлія Коробка. Технологія одержання цукрогліцеридів (харчова добавка E474) / Юлія Коробка, Ольга Халетій // 85 Ювілейна Міжнародна наукова конференція молодих учених, аспірантів, студентів "Наукові здобутки молоді - вирішенню проблем людства у XXI столітті" / Юлія Коробка, Ольга Халетій. – Київ, 2019. – (НУХТ). – (2). – С. 256.
17. Одержання цукрогліцеридів (E474) переестерифікацією естерів пальмової олії сахарозою / Подобій О.В., Ковальова С.О., Житнецький І.В., Коробка Ю.В.. // International scientific and practical conference. – 2019. – С. 137–140.
18. Ю. Коробка. Методи оцінки якості цукрогліцеридів / Ю. Коробка, О. Подобій, С. Ковальова. // Якість і безпека харчових продуктів: Матеріали IV Міжнародної науково-практичної конференції. – 2019. – С. 206–208.
19. Мілюкін М.В. Основи методу, конструкція і принцип роботи мас-спектрометрів з індуктивно зв'язаною плазмою // Сучасні хімічні системи та методи досліджень / Мілюкін М.В. – Київ, 2020. – (НУХТ).

20. Carmen Salinero, Xesús Feás, J. Pedro Mansilla, Julio A. Seijas, M. Pilar Vázquez-Tato, Pilar Vela, María J. Sainz. ¹H-Nuclear Magnetic Resonance Analysis of the Triacylglyceride Composition of Cold-Pressed Oil from *Camellia japonica*. *Molecules*. 2012. № 17.