

**МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ ХАРЧОВИХ ТЕХНОЛОГІЙ**

ЧЕРСТВА АЛЬОНА ОЛЕКСАНДРІВНА

УДК 665.334.9.068: 615.35-044.337

**УДОСКОНАЛЕННЯ ТЕХНОЛОГІЇ ПРЕСОВОГО ВИЛУЧЕННЯ
РІПАКОВОЇ ОЛІЇ ІЗ ВИКОРИСТАННЯМ ФЕРМЕНТНИХ ПРЕПАРАТІВ**

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

АВТОРЕФЕРАТ

дисертації на здобуття наукового ступеня
кандидата технічних наук

Київ – 2018

Дисертацією є рукопис.

Роботу виконано на кафедрі технології жирів і парфумерно-косметичних продуктів Національного університету харчових технологій МОН України.

Науковий керівник: доктор технічних наук, доцент **Носенко Тамара Тихонівна**, Національний університет харчових технологій МОН України, завідувач кафедри технології жирів і парфумерно-косметичних продуктів

Офіційні опоненти: доктор технічних наук, професор **Демидов Ігор Миколайович** Національний технічний університет «Харківський політехнічний інститут» МОН України, професор кафедри технології жирів та продуктів бродіння

кандидат технічних наук, доцент **Луценко Марина Василівна**, Дніпровський державний аграрно-економічний університет МОН України, доцент кафедри технології зберігання та переробки сільськогосподарської продукції

Захист відбудеться «23» травня 2018 р. о 10.30 годині на засіданні спеціалізованої вченої ради Д 26.058.07 Національного університету харчових технологій за адресою 01601 м. Київ, вул. Володимирська, 68 в аудиторії А-311.

З дисертацією можна ознайомитися у бібліотеці Національного університету харчових технологій за адресою 01601 м. Київ, вул. Володимирська, 68.

Автореферат розіслано «23» квітня 2018 р.

Вчений секретар
спеціалізованої вченої ради, доц.

О.А. Білик

ЗАГАЛЬНА ХАРАКТЕРИСТИКА РОБОТИ

Обґрунтування вибору теми дослідження. На сьогодні виробництво ріпакової олії в Україні та її експорт посідають третє місце, а сам ріпак вважається стратегічною культурою. Одним з найпоширеніших методів вилучення олії є метод з попереднім пресуванням спеціально підготовленого насіння та наступною його екстракцією за допомогою органічних розчинників. Із цих двох технологічних стадій, стадія екстракції є складнішою в апаратурному оформленні, вимагає великої кількості підготовчих операцій, потребує значних матеріальних витрат, а також впливає на якість готових продуктів та екологічність всього технологічного процесу. Проте лише екстракційний метод забезпечує практично вичерпне вилучення олії з олійного матеріалу.

На ефективність пресування впливає низка факторів, які, в свою чергу, залежать від параметрів обробки олійного матеріалу. За традиційних параметрів подрібнення і пресування олійного насіння повного руйнування клітинної структури не відбувається, внаслідок чого в олійному матеріалі присутні фрагменти незруйнованих клітин і ліпидовмісних сферосом. Це зумовлює збільшення олійності макухи. Для створення оптимальної внутрішньої та зовнішньої структури олійного матеріалу, який піддається пресуванню, використовують низку технологічних операцій. Стан сучасних технологій видобування рослинних олій комбінованим методом попереднього пресування з подальшою екстракцією спонукає науковців (Латіф С., Анвар Ф., Раналлі А., Шагід М., Діосади Л. та ін.) до розробки та впровадження технологій, які б забезпечували збільшення виходу пресової олії та були екологічними і безпечними. Отже, дослідження, які спрямовані на використання попередньої ферментативної обробки олійного матеріалу як методу підготовки до пресового вилучення олії, є актуальними та становлять наукове завдання, яке вирішує ця дисертаційна робота.

Зв'язок роботи із науковими програмами, темами. Актуальність проблеми, розв'язанню якої присвячено цю дисертаційну роботу, підтверджена тим, що її виконано у відповідності з тематикою науково-дослідної роботи Національного університету харчових технологій в межах держбюджетної теми: «Технології рослинних олій із нетрадиційної сировини з використанням ферментних препаратів комплексної дії» (№ 0117U001245).

Мета і завдання роботи. Метою дисертаційної роботи є удосконалення технології пресового вилучення олії з насіння ріпаку з використанням ферментних препаратів.

Відповідно до поставленої мети визначено наступні **завдання**:

- провести теоретичні дослідження та сформулювати робочу гіпотезу щодо можливості підвищення ефективності вилучення олії методом пресування з використанням ферментних препаратів;
- виявити ефективні ферментні препарати для обробки ріпакового насіння з метою підвищення виходу олії;
- з використанням математичного моделювання оптимізувати технологічні параметри попередньої обробки олійного матеріалу ферментними препаратами;

- встановити вплив попередньої обробки ферментними препаратами на фізико-хімічні показники ріпакової олії та макухи;
- розробити технологічну схему та технологічну інструкцію попередньої ферментативної обробки ріпакової м'ятки;
- провести виробничу апробацію попередньої обробки ріпакової м'ятки ферментними препаратами перед пресовим вилученням олії.

Об'єкт дослідження – технологія ферментативної обробки ріпакової м'ятки перед пресуванням.

Предмет дослідження – насіння ріпаку, ріпакова олія, ріпакова макуха, ферментні препарати.

Методи дослідження. Фізико-хімічні властивості насіння ріпаку визначили згідно з ГОСТ 10856–96, ГОСТ 9824–87, п. 3.5, ГОСТ–13496.2–91. Фракційний склад частинок ріпакової м'ятки визначили методом розділення матеріалу з використанням комплекту лабораторних сит.

Фізико-хімічні властивості ріпакової олії визначили згідно з ДСТУ 4350:2004, ДСТУ 4570:2006. Анізидинове число ріпакової олії визначали фотометричним методом з використанням розчину п-анізидину. Вміст хлорофілів, феофітинів, токоферолу та концентрацію каротиноїдів у ріпаковій олії визначили фотометричним методом.

Олійність макухи та насіння визначили згідно з ГОСТ 13496.15. Масову частку зруйнованих клітин досліджували методом моментального збовтування. Активність ліпази у м'ятці визначили титриметричним методом із візуальною індикацією. Жирнокислотний склад ріпакової олії визначали за допомогою газово-рідинної хроматографії метилових ефірів жирних кислот.

Протеолітичну та целюлозолітичну активність ферментних препаратів оцінювали згідно з ДСТУ 7490:2013 та ГОСТ 31662–2012, відповідно. Загальну кількість білка в макусі визначали методом К'ельдаля згідно з ГОСТ 26889–86. Ендополігалактуроназну та β -глюканазну активність визначили згідно з ГОСТ 55298–2012 та ГОСТ 54905–2012, відповідно. Планування експериментів, обробку отриманих даних проведено за допомогою програмних пакетів Microsoft Excel, MathCad, Statistica.

Наукова новизна одержаних результатів

Вперше:

- **встановлено**, що внаслідок попередньої обробки ріпакової м'ятки ферментними препаратами із целюлозолітичною та протеолітичною активністю ступінь руйнування цілісності клітин збільшився на 19,1 %;
- **доведено**, що у ріпаковій м'ятці, яку піддавали попередній обробці ферментним препаратом Протолад, активність ліпази зменшувалася приблизно на 53 % порівняно із контролем;
- **одержано** нові експериментальні дані стосовно впливу попередньої обробки ріпакової м'ятки ферментними препаратами із целюлозолітичною та протеолітичною активністю на кількісний вихід ріпакової олії: встановлено збільшення виходу пресової олії на 12,0 % порівняно з контролем;
- **встановлено**, що оптимальними параметрами попередньої ферментативної обробки ріпакової м'ятки є: співвідношення ферментного препарату

Целюлад і Протолад до субстрату – 0,005 : 1, тривалість ферментативного гідролізу – 95 хв, масова частка вологи в олійному матеріалі перед пресуванням – 4 %;

– **встановлено** вплив попередньої ферментативної обробки ріпакової м'ятки на показники якості пресових олій та макухи: в олії, одержаній після попередньої ферментативної обробки, кислотне число зменшувалося на 0,7 мг КОН/г, анізидинове – на 0,7. Олія має високу біологічну цінність за рахунок збільшення кількості ненасичених жирних кислот на 4,36 % порівняно з контролем та за показниками якості відповідає вимогам ДСТУ 46.072:2005 Олія нерафінована вищого гатунку;

– **розраховано** математичну модель прогнозування кількісного виходу пресової олії від технологічних параметрів (тривалість обробки, кількість ферментного препарату комплексної дії) попередньої ферментативної обробки м'ятки: встановлено, що найбільш значний вплив серед досліджених параметрів має тривалість ферментативного гідролізу.

Практичне значення одержаних результатів. Удосконалено технологію обробки ріпакової м'ятки ферментними препаратами Целюлад і Протолад для підвищення ефективності пресового вилучення олії.

Розроблено технологічну схему та технологічну інструкцію на виробництво олії ріпакової пресовим методом із використанням попередньої ферментативної обробки ріпакової м'ятки.

Новизну технічних рішень підтверджено патентом України на корисну модель.

Проведено апробацію попередньої обробки ріпакової м'ятки ферментними препаратами перед пресовим вилученням олії у виробничих умовах ТОВ «Слобожанський завод продтоварів» (м. Сватове, Луганська обл.).

Особистий внесок здобувача. Всі основні положення дисертації, [внесені на захист, одержано здобувачем самостійно, серед яких: планування та виконання експериментальної частини роботи, проведення досліджень щодо виявлення впливу попередньої обробки ріпакової м'ятки ферментними препаратами з целюлозолітичною та протеолітичною активністю на ефективність пресового вилучення олії, виконання необхідних експериментальних досліджень з визначення основних характеристик сировини та одержаних продуктів, формулювання основних висновків дисертації. Проведено математичне опрацювання одержаних експериментальних даних щодо оптимізації технологічного процесу у співавторстві із доцентом кафедри інформатики НУХТ Кубайчук О. О. Постановка мети та завдань дослідження, обговорення та аналіз одержаних результатів виконано разом з науковим керівником.

Апробація результатів роботи. Основні положення і результати дисертаційної роботи оприлюднено і обговорено на: IV Міжнародній науково-технічній конференції молодих учених та студентів «Актуальні задачі сучасних технологій» (м. Тернопіль, 2015 р.), 81-й Міжнародній науковій конференції молодих учених, аспірантів і студентів «Наукові здобутки молоді – вирішенню проблем харчування людства у XXI столітті» (м. Київ, 2015 р.), IX Міжнародній конференції «Масложировая отрасль. Технологии и рынок» (м. Київ, 2016 р.), 82-й Міжнародній науковій конференції молодих учених, аспірантів і студентів «Наукові здобутки

молоді – вирішенню проблем харчування людства у XXI столітті» (м. Київ, 2016 р.), V Міжнародній науково-технічній конференції "Перспективи розвитку м'ясної, молочної та олієжирової галузей у контексті євроінтеграції" (м. Київ, 2016 р.), Фестивалі інноваційних проектів наукового парку «Київського університету імені Тараса Шевченка» (м. Київ, 2016 р.), 83-й Міжнародній науковій конференції молодих учених, аспірантів і студентів «Наукові здобутки молоді – вирішенню проблем харчування людства у XXI столітті» (м. Київ, 2017 р.).

Публікації. Основні результати дисертаційної роботи опубліковано у 14 працях, серед яких 5 статей – у фахових виданнях України, які входять до міжнародних наукометричних баз даних, 1 стаття – у міжнародному виданні, 1 патент на корисну модель, 7 – у матеріалах конференцій.

Структура та об'єм роботи. Дисертаційна робота складається зі вступу, 5 розділів, висновків, списку використаних джерел, додатків. Загальний обсяг дисертації становить 152 сторінки; з них: 11 рисунків по тексту; 1 рисунок на окремій сторінці; 28 таблиць по тексту; списку використаних джерел з 158 найменувань на 16 сторінках, 7 додатків на 14 сторінках.

ОСНОВНИЙ ЗМІСТ РОБОТИ

У дисертації подано **анотацію** державною та англійською мовами, яка є узагальненим коротким викладом основного змісту роботи. В анотації стисло представлено основні результати дослідження із зазначенням наукової новизни та наведено список публікацій за темою дисертації.

У **вступі** обґрунтовано актуальність теми дисертації та її значення у впровадженні технологій, які б забезпечували збільшення виходу пресової олії та були екологічними і безпечними, сформульовано мету та завдання дослідження, визначено наукову новизну і практичне значення отриманих результатів, наведено дані щодо апробації результатів удосконаленої технології.

У **першому розділі** «Аналіз сучасних методів вилучення олії з олійної сировини» зроблено аналіз сучасних напрямів досліджень і розвитку технології переробки насіння олійних культур з використанням ферментних препаратів. Здійснено детальний огляд наукових публікацій щодо застосування біокатализаторів у технології водно-ферментативного екстрагування ліпідів і білків із олійної сировини, дослідження кількісного виходу олії з використанням ферментативного гідролізу полімерів олійного матеріалу, впливу ступеня подрібнення насіння на ефективність використання технології ферментативної обробки. Розглянуто роботи, присвячені дослідженню особливостей одержання пресової олії з насіння основних олійних культур. В цьому розділі наведено також результати сучасних досліджень якості олій та макухи, одержані з використанням ферментних препаратів комплексної дії.

Аналітичний огляд літератури визначив сучасний стан розвитку технології переробки насіння олійних культур, у тому числі результати досліджень щодо збільшення ефективності вилучення пресової олії з олійної сировини, та дав можливість сформулювати мету та завдання.

Другий розділ «Характеристики об'єктів досліджень, методики проведення експериментів» містить загальну схему досліджень (рис. 1), яка передбачає організацію теоретичних та експериментальних досліджень, включаючи удосконалення попередньої ферментативної обробки олійної сировини з урахуванням показників якості олії та макухи.

У розділі наведено характеристику об'єктів дослідження, а також методики проведення попередньої ферментативної обробки ріпакової м'ятки, пресування олійного матеріалу, визначення фізико-хімічних показників сировини та продуктів переробки, визначення залишкової активності ліпази у м'ятці та її гранулометричного складу, визначення хімічного складу та окиснювальної стабільності олії, визначення активності ферментних препаратів у макусі, визначення середнього числа «розкритих» клітин у ріпаковій меззі методом миттєвого збовтування.

У **третьому розділі** «Дослідження впливу попередньої ферментативної обробки ріпакової м'ятки на ступінь руйнування клітин і вихід пресової олії» на основі експериментальних досліджень обґрунтовано переваги використання попередньої ферментативної обробки олійної сировини як способу її підготовки до вилучення олії, що забезпечує високий вихід олії, підвищення її біологічної цінності та антиокиснювальної здатності.

Експериментально встановлено, що ріпакова м'ятка, одержана у лабораторних умовах, мала оптимальний ступінь подрібнення і складалася більш як на 60 % з однорідних за розміром частинок, містила невеликий відсоток цілих незруйнованих насінин (2,5 %), і в той же час, частка надто дрібних (борошнистих) часток у ній становила 6,6 % (табл. 1).

Таблиця 1 – Фракційний склад частинок ріпакової м'ятки

Схід $d_{\text{отворів}}$, мм	%
2,00	$2,5 \pm 0,01$
1,00	$76,8 \pm 0,07$
0,50	$14,1 \pm 0,01$
0,25	$6,6 \pm 0,01$
Всього	100

Керуючись робочою гіпотезою щодо руйнування клітинних оболонок ферментними препаратами, що гідролізують полімери клітинних стінок і мембран, проведено визначення середньої кількості «розкритих» клітин у ріпаковій меззі для встановлення біокатализаторів, які найбільш ефективно руйнують клітинні оболонки ріпакового насіння (табл. 2).

Аналіз одержаних даних (табл. 2) свідчить, що найвищу ефективність руйнування цілісності клітин (53,8 %) забезпечує використання комплексу ферментних препаратів, а саме – Целюладу та Протоладу. При цьому целюлозолітична активність становила 80,0 од/г, а протеолітична – 132,7 од/г. Цей зразок порівняно з іншими мав найвищу основну активність ферментних препаратів за масового співвідношення Целюлад : Протолад 1 : 1. Ймовірно, завдяки високій активності кожного з двох ферментних препаратів і характеру дії біокатализаторів на хімічні зв'язки целюлози та білково-ліпідних комплексів клітин олійного насіння, вплив попередньої обробки був найбільш ефективним.

Оброблення м'ятки проводили за температури $(40 \pm 5)^\circ\text{C}$, що відповідає температурному оптимуму Протоладу та Целюладу.

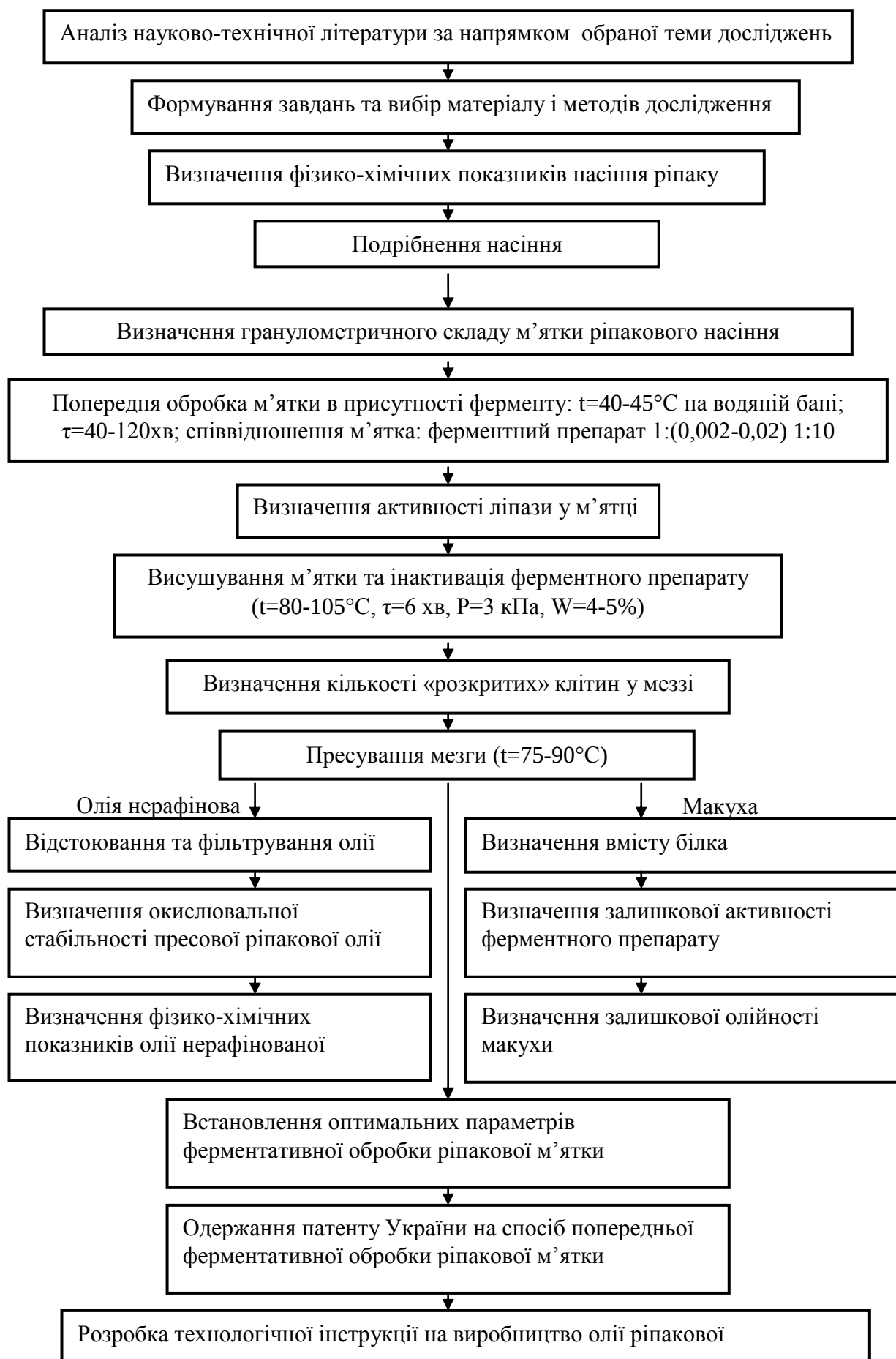


Рис. 1. Структурна блок-схема проведених досліджень

Таблиця 2 – Кількість зруйнованих клітин, визначена методом миттєвого збовтування у зразках ріпакової мезги

№ пор.	Ферментний препарат	Кількість ферменту		Тривалість гідролізу, год	Температура, °C	Кількість «розкритих» клітин, %
		W, %	Активність, од/г			
1	Целюлад: Пектиназа	2,0	80,0 : 4,0	2	40 ± 5	35,7 ± 1,2
2	Целюлад: Протолад	2,0	80,0 : 132,7	2	40 ± 5	53,8 ± 0,7
3	Целюлад	2,0	160,0	2	40 ± 5	44,9 ± 0,5
4	Целюлад: Беталад	2,0	80,0 : 4,0	2	40 ± 5	39,1 ± 1,0
5	Контроль	–	–	2	40 ± 5	34,7 ± 0,9

Згідно з одержаними результатами дослідження кількості «розкритих» клітин в олійному матеріалі, ферментні препарати целюлозолітичної та протеолітичної дії істотно збільшують цей показник у ріпаковій меззі (53,8 % замість 34,7 % у контрольному зразку). Тому було обрано ферментні препарати з такою активністю для подальшого дослідження та знаходження раціональних параметрів обробки.

За допомогою методу миттєвого збовтування проведено визначення кількості «розкритих» клітин з метою встановлення оптимального значення тривалості ферментативного гідролізу. Результати досліджень наведено на рис. 2.

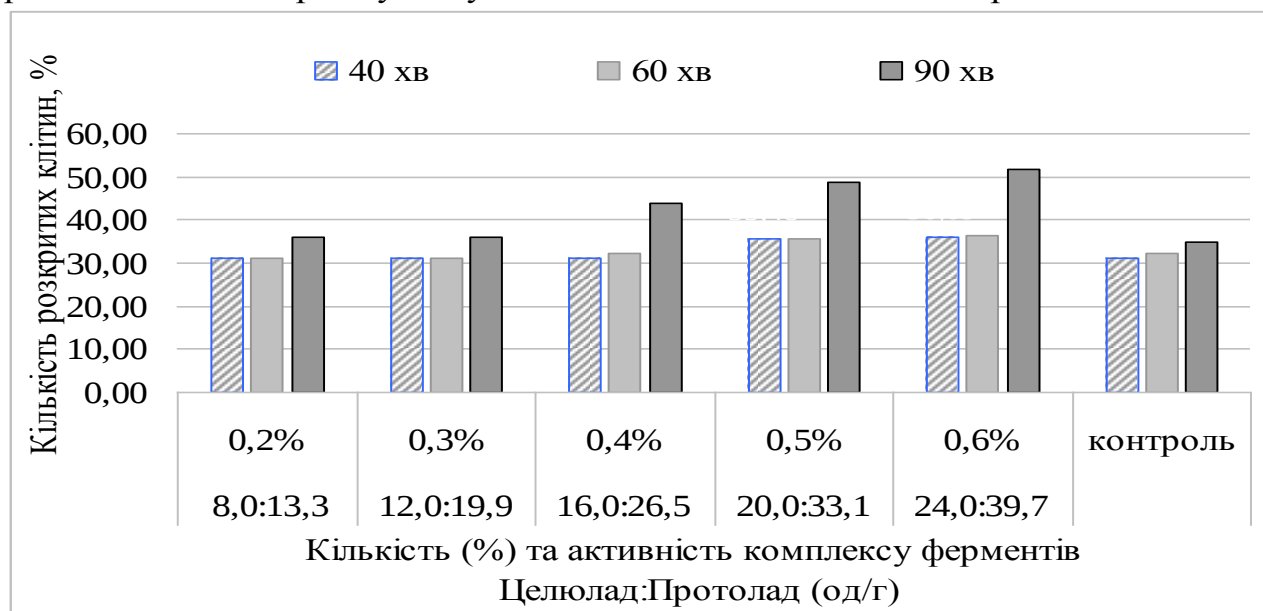


Рис. 2. Залежність кількості «розкритих» клітин від параметрів ферментативної обробки м'ятки насіння ріпаку

Одержані результати підтверджують, що збільшення тривалості ферментативного гідролізу приводить до підвищення ступеню руйнування цілісності клітинних оболонок.

Відомо, що внаслідок подрібнення насіння в процесі приготування м'ятки в ній зростає активність таких гідролітичних ферментів, як ліпаза. В свою чергу, дія цього ферменту призводить до гідролізу тригліцеролів і, тим самим, до погіршення якості одержаної олії (збільшення кислотного числа). За тривалої обробки з підвищеною вологістю матеріалу ймовірність активації ліпаз олійної м'ятки суттєво зростає.

У зв'язку з цим нами було проведено дослідження активності ліпаз м'ятки насіння ріпаку, яку піддавали попередній ферментативній обробці.

Дослідження активності ферменту проводили у ріпаковій м'ятці після її оброблення комплексом ферментних препаратів (Целюлад 24,0 од/г; Протолад 39,7 од/г) протягом 2 год за температури $(40 \pm 5) ^\circ\text{C}$. Активність ферменту порівнювали з контрольним зразком, який нагрівали за такої самої температури протягом 2 год без додання суміші ферментних препаратів. Наведені результати визначення активності ліпази (табл. 3) свідчать, що ліпазна активність у контрольному зразку була приблизно на 53 % вищою, ніж у ріпаковій м'ятці, яку піддавали попередній ферментативній обробці.

Таблиця 3 – Активність ліпази у ріпаковій м'ятці

Зразок	Активність ліпази, мл 0,1 Моль/дм ³ КОН/г
Ріпакова м'ятка – контроль (оброблена без додання ферментних препаратів протягом 2 год, $t = (40 \pm 5) ^\circ\text{C}$ з масовою часткою вологи 50 %)	6,85
Ріпакова м'ятка (оброблена комплексом ферментних препаратів (Целюлад 24,0 од/г; Протолад 39,7 од/г) протягом 2 год, $t = (40 \pm 5) ^\circ\text{C}$ з масовою часткою вологи 50 %)	4,49

Очевидно, що під дією ферментного препарату Протолад, який має протеолітичну активність, активність ліпази у ріпаковій м'ятці зменшується.

Отже, технологічні параметри ферментативної обробки ріпакової м'ятки не приводять до збільшення активності ліпаз, що, в свою чергу, не повинно викликати збільшення вмісту вільних жирних кислот в олії.

Використання ферментних препаратів у технології пресового вилучення ріпакової олії ставить актуальним питання щодо її якості. Для з'ясування цього питання було проведено дослідження впливу попередньої ферментативної обробки м'ятки на значення основних показників якості та складу ріпакової олії – кислотного, пероксидного, колірнього та анізидинового чисел олії, вмісту хлорофілів, феофітинів і каротиноїдів. Результати порівняльного аналізу якісних показників ріпакової олії, одержаної за різної активності ферментних препаратів під час попередньої ферментативної обробки, наведено в табл. 4. Згідно з отриманими значеннями, пресова ріпакова олія, одержана з використанням попередньої ферментативної обробки м'ятки, відповідала вимогам ДСТУ 46.072:2005.

Таблиця 4 – Якісні показники пресової ріпакової олії, одержаної з використанням попереднього ферментативного гідролізу олійного матеріалу

Масова частка та відношення активності ферментних препаратів	Кислотне число, мг КОН/г	Пероксидне число, ммоль $\frac{1}{2}$ O/кг	Колірне число, мг I ₂	Анізидинове число
0,4 % Целюлад : Протолад ЦАк : Пак = 16,0 : 26,5	0,30 ± 0,02	3,50 ± 0,23	60±0,6	1,10 ± 0,02
0,6 % Целюлад : Протолад ЦАк : Пак = 24,0 : 39,8	0,20 ± 0,02	4,70 ± 0,43	60±0,6	1,10 ± 0,04
0,8 % Целюлад : Протолад ЦАк : Пак = 32,0 : 53,1	0,50 ± 0,03	3,80 ± 0,22	60±0,7	1,00 ± 0,07
1,0 % Целюлад : Протолад ЦАк : Пак = 40,0 : 66,4	0,30 ± 0,02	4,50 ± 0,16	60±0,4	1,30 ± 0,09
Контроль	0,90 ± 0,06	1,80 ± 0,31	50±0,4	1,80 ± 0,03

Примітка. ЦАк – целюлолітична активність ферментного препарату, од/г; Пак – протеолітична.

Аналіз одержаних результатів свідчить, що попередня ферментативна обробка олії призводить до збільшення значення пероксидного числа кожного з вище наведених зразків, проте не знижує гатунок одержаної нерафінованої олії. У той же час вміст вторинних продуктів окиснення, визначений за значенням анізидинового числа, у ріпаковій олії, одержаній після попередньої ферментативної обробки, був нижчим порівняно з контрольним зразком олії.

Результати визначення вмісту хлорофілу та феофітину наведено у табл. 5. Як свідчать наведені дані, у ріпаковій олії після попередньої обробки з використанням комплексу ферментних препаратів спостерігалось збільшення вмісту хлорофілів порівняно із контролем.

Таблиця 5 – Вміст хлорофілу та феофітину у зразках ріпакової олії

Пігменти	Контроль, мг/г	Зразок ріпакової олії після попередньої ферментативної обробки (Целюлад (24,0 од/г) : Протолад (0,2 од/г), у кількості 0,6 %), мг/г
Хлорофіл <i>a</i>	–	–
Хлорофіл <i>b</i>	0,57	1,39
Феофітин <i>a</i>	5,46	6,91
Феофітин <i>b</i>	7,88	13,29

На рис. 3 наведено результати визначення спектру поглинання зразків ріпакової олії в діапазоні довжин хвиль від 400 до 500 нм. Згідно з одержаними

результатами, вміст каротиноїдів у ріпаковій олії, одержаний з використанням попередньої ферментативної обробки, вищий, ніж у контролі. За значенням оптичної густини у точці оптичного максимуму, вміст каротиноїдів у перерахунку на β -каротин збільшився на $0,39 \times 10^{-3}$ г/100 см³ олії. Відомо, що каротиноїди є провітаміними вітаміну А, тому біологічна цінність одержаної ріпакової олії після попередньої ферментативної обробки буде вищою.



Рис. 3. Спектр поглинання зразків ріпакової олії

Порівняльний аналіз жирнокислотного складу зразків ріпакової олії виявив, що у зразку олії, одержаної після попередньої ферментативної обробки, спостерігається деяке збільшення масової частки олеїнової, лінолевої та ліноленової кислот – на 2,56 %, 3,02 % та 1,23 %, відповідно (табл. 6).

Таблиця 6 – Жирнокислотний склад зразків ріпакової олії

Назва кислоти	Контроль	Ріпакова олія після попередньої ферментативної обробки
C14:0 міристинова	1,00 ± 0,01	0,40 ± 0,01
C16:0 пальмітинова	7,73 ± 0,11	6,04 ± 0,10
C17:1 цис-10-гептадеценова	2,29 ± 0,01	0,27 ± 0,01
C18:0 стеаринова	2,02 ± 0,03	1,11 ± 0,02
C18:1 олеїнова	56,66 ± 0,52	59,22 ± 0,47
C18:2 лінолева	18,45 ± 0,18	21,47 ± 0,18
C18:3 ліноленова	4,81 ± 0,04	6,18 ± 0,07
Інші	4,95	3,30

Загальна кількість ненасичених жирних кислот у зразку ріпакової олії, одержаному після попередньої ферментативної обробки, зросла на 4,36 % порівняно із контролем та становила 88,06 % (табл. 7).

Таблиця 7 – Співвідношення насичених та ненасичених жирних кислот у ріпаковій олії

Досліджуваний зразок	Вміст жирних кислот, %	
	насичені	ненасичені
Контроль	13,07	83,70
Ріпакова олія після попередньої ферментативної обробки	9,48	88,06

Такі відмінності, очевидно, пов'язані зі збільшенням кількісного вилучення олії у зразку, одержаному після попередньої ферментативної обробки, що приводить до вилучення різних за жирнокислотним складом триацилгліцеролів. Результати визначення жирнокислотного складу зразків пресової ріпакової олії підтверджують, що використання ферментних препаратів не спричиняє активацію процесів окиснення олії.

В одержаних зразках пресової ріпакової олії також було визначено вміст токоферолів – сполук, що мають виражені антиоксидантні властивості. Загальний вміст токоферолів в олії, одержаній з використанням попередньої ферментативної обробки, становив $21,4 \pm 0,1$ мг %, у контролі – $20,9 \pm 0,1$ мг %. Наведені дані можуть свідчити про потенційну окиснювальну стійкість олії, одержаної після попередньої ферментативної обробки.

Дослідження хімічного складу ріпакової макухи підтвердили, що олійність макухи зменшується майже на 7 % після попередньої ферментативної обробки целюлозолітичними та протеолітичними ферментними препаратами олійного матеріалу. Одночасно у ріпаковій макусі практично не зменшувався загальний вміст білків (рис. 4).

У **четвертому розділі** «Оптимізація технологічних параметрів попередньої ферментативної обробки м'ятки ріпаку перед пресуванням» наведено результати комплексних досліджень щодо визначення впливу технологічних чинників (співвідношення субстрат : фермент, вологість мезги, тривалість обробки) на ефективність вилучення олії із ріпакової мезги.

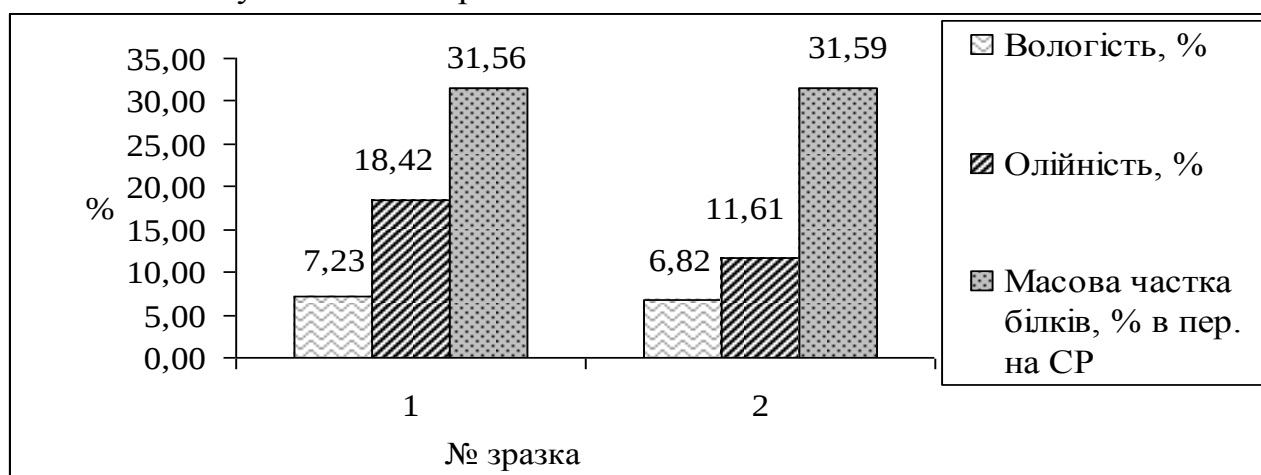


Рис. 4. Показники компонентного складу зразків ріпакової макухи (1 – контроль; 2 – попередня ферментативна обробка ферментними препаратами Целюлад та Протолад)

Для встановлення оптимального співвідношення субстрат : фермент ріпакову м'ятку обробляли ферментними препаратами (Целюлад, Протолад) із целюлазною та протеазною активністю. Співвідношення ферменту варіювали від 0,2 до 0,7 % до маси подрібненого насіння. Результати дослідження впливу попередньої ферментативної обробки на кількісний вихід пресової ріпакової олії наведено на рис. 5.

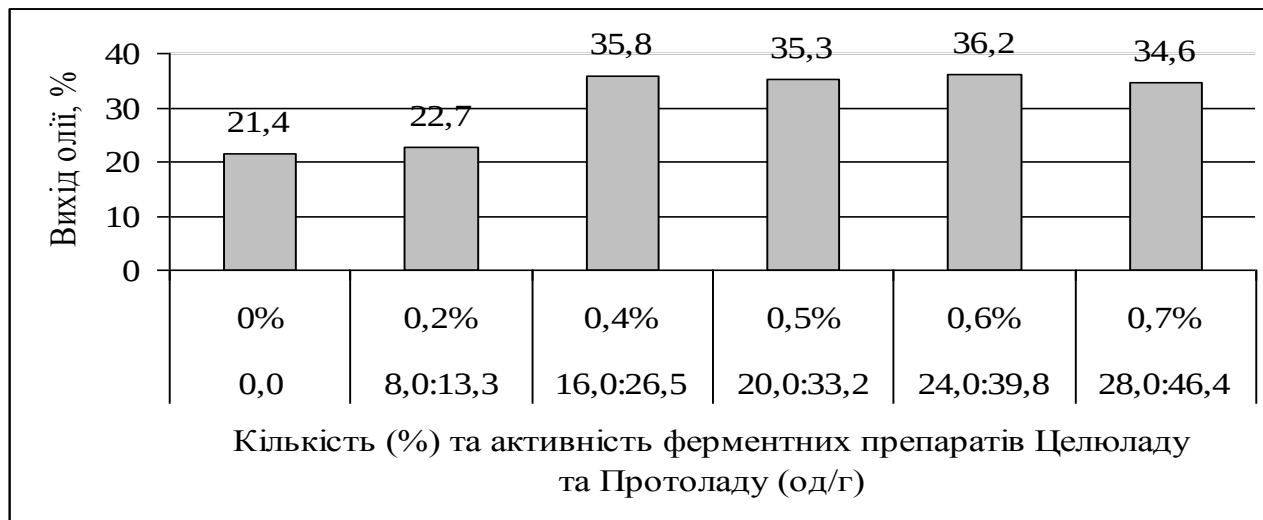


Рис. 5. Залежність кількісного виходу олії від кількості ферментного препарату

У разі збільшення кількості ферментного комплексу до 0,6 % (активність Целюладу 24,0 од/г, Протоладу – 39,8 од/г) вихід олії зростає. На основі одержаних результатів можна стверджувати, що введення ферментного препарату комплексної дії у кількості 0,6 % до маси насіння є раціональним параметром процесу. Ефективність вилучення олії становила 36,2 % від маси насіння, олійність якого – 45,4 %. Подальше підвищення вмісту ензимів у системі практично не впливало на вихід олії.

Після проведення необхідних розрахунків у розділі наведено регресійне рівняння залежності значення кількісного виходу олії від технологічних параметрів попередньої ферментативної обробки.

Після переходу від кодованих змінних до фізичних, рівняння залежності кількісного виходу олії від технологічних параметрів попередньої ферментативної обробки мало наступний вигляд:

$$y = 44,712 + 2,22x_1 - 0,72x_2 + 1,19x_3 - 1,01x_1x_3 - 0,15x_1x_2x_3,$$

де y – кількісний вихід олії, %; x_1 – кількість ферментного препарату, %; x_2 – масова частка води перед пресуванням, %; x_3 – тривалість процесу ферментативного гідролізу, год.

Оптимізацію процесу попередньої ферментативної обробки м'ятки методом поверхні відгуку було виконано за двома параметрами (тривалістю обробки і кількістю ферментного препарату).

Для оцінювання параметрів моделі було використано метод Левенберга-Марквардта. Поліноміальна модель

$$z = -229,44 + 144,932x + 0,728yx - 1,555y^2 - 29,98x^2 + 0,221y^3 + 2,04x^3$$

описує 97,3 % варіювання даних. Таким чином, модель добре апроксимує експериментальні дані. Цей метод нелінійної регресії більш ефективний, ніж інші узагальнюючі алгоритми оптимізації, такі, як квазіньютонівський або симплекс методи. Всі коефіцієнти моделі є статистично значущими за $\alpha = 0,05$.

За допомогою наближення до локального максимуму функції у середовищі програми Mathcad отримали точку, де досягається максимум $z_{\max} = 3,724$ (т. 1, $(x_{\max}, y_{\max}) = (4,551, 1,636)$) (рис. 6). Нарешті, використовуючи зворотне перетворення, знайдено оптимальні параметри ферментативної обробки

$$t_{\max} = \exp(x_{\max}) = 94.722;$$

$$c_{\max} = \ln(y_{\max}) = 0.492;$$

і максимальну кількість вилученої олії

$$q_{\max} = \exp(z_{\max}) = 41.434.$$

Model: $z = b_0 + b_2 \cdot x + b_3 \cdot y + b_4 \cdot x^2 + b_5 \cdot x^2 + b_8 \cdot y^3 + b_9 \cdot x^3$
 $z = (-229,44) + (144,932) \cdot x + (728436) \cdot y + (-1,555) \cdot x^2 + (-29,98) \cdot x^2 + (220912) \cdot y^3 + (2,0398) \cdot x^3$

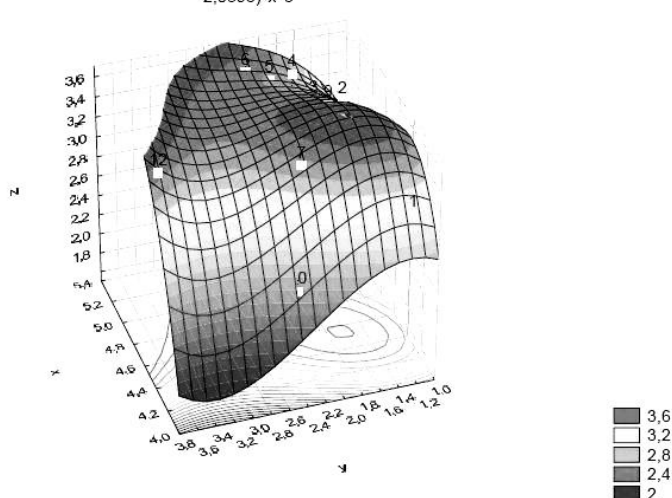


Рис. 6. Графічне зображення функції виходу пресової ріпакової олії від параметрів попередньої ферментативної обробки з локальним максимумом

Обґрунтовано поліноміальну регресійну модель залежності кількісного виходу ріпакової олії від параметрів ферментативної обробки. Використовуючи отриману поверхню відгуку функції, знайдено оптимальні параметри (тривалість обробки 95 хв, масова частка ферментного препарату 0,5 %) для досягнення максимуму функції виходу ріпакової олії.

У п'ятому розділі «Практичні рекомендації щодо удосконалення технології переробки насіння ріпаку з використанням попередньої ферментативної обробки» розроблено технологічну карту підготовки ріпакової м'ятки та пресового вилучення ріпакової олії. Розроблену технологічну карту представлено в табл. 8.

Таблиця 8 – Технологічна карта попередньої ферментативної обробки ріпакової м'ятки та пресування з неї олії

Параметр	Значення
<i>Стадія попередньої ферментативної обробки м'ятки</i>	
Ступінь подрібнення насіння, % прохід через сито 1 мм, не менш як	70
Вологість м'ятки, %	50
Кількість ферментного препарату*, %	0,5
Тривалість ферментативного гідролізу, хв	100

Продовження таблиці 8

Тривалість висушування під вакуумом, хв	4
Одержані технологічні характеристики процесу: - кількість «розкритих» клітин	53,8
<i>Стадія пресування мезги</i>	
Температура, °С	75
Діаметр насадки, мм	4
Вологість мезги, %	4
Одержані результати: - залишкова олійність макухи, % - кількість вилученої олії, %	9,8 36,2

*Примітка. При цьому активність ферментного препарату Целюладу 24,0од/г, Протоладу – 39,8од/г.

Враховуючи наведені дані щодо технологічних параметрів попередньої ферментативної обробки, розроблено технологічну схему одержання ріпакової олії з використанням попередньої ферментативної обробки ріпакової м'ятки та наступною стадією пресування.

За результатами проведених виробничих випробувань встановлено, що використання попередньої ферментативної обробки м'ятки в технології однократного пресування дозволяє збільшити кількісний вихід пресової олії на 14,8 % за рахунок впливу ферментних препаратів на клітинні стінки насіння. Виходячи з одержаних результатів, використання запропонованої технології має економічний ефект.

ВИСНОВКИ

На основі аналізу науково-технічної літератури, виконаних експериментальних досліджень, математичного моделювання та теоретичних узагальнень одержаних результатів виконано конкретне наукове завдання щодо удосконалення технології пресування насіння ріпаку з використанням ферментних препаратів. Виходячи з проведених досліджень і розрахунків, можна зробити наступні висновки:

1. Аналіз літературних даних за темою дисертаційної роботи дозволив сформулювати робочу гіпотезу щодо можливості збільшення кількісного виходу олії з олійного матеріалу шляхом попередньої ферментативної обробки м'ятки перед стадією пресування.

2. Встановлено, що використання ферментних препаратів целюлозолітичної та протелітичної дії для попередньої обробки олійної м'ятки збільшує ступінь руйнування клітин на 19,1 % та підвищує вихід олії із м'ятки насіння ріпаку.

3. Проведеними дослідженнями встановлено раціональну кількість комплексу ферментних препаратів Целюладу і Протоладу та тривалість процесу ферментативного гідролізу й доведено, що збільшення тривалості впливу ферментів на ріпакову м'ятку понад 240 хв не приводить до значного збільшення виходу олії.

4. Експериментальними дослідженнями визначено основні технологічні параметри, які мають суттєвий вплив на процес пресування. Для оптимізації

технологічного процесу було обрано наступні чинники: кількість ферментного препарату, масова частка вологи перед пресуванням, тривалість процесу ферментативного гідролізу. Визначено, що попередня ферментативна обробка насіння ріпаку дозволяє зменшити залишкову олійність макухи (в перерахунку на суху речовину) до значення 9,8 %. Кількісний вихід олії збільшився з 27,2 до 39,2% порівняно із контрольним зразком. Із використанням математичного моделювання (методу поверхні відгуку) встановлено оптимальні технологічні параметри попередньої обробки олійного матеріалу ферментними препаратами (тривалість обробки 95 хв, кількість ферментного препарату 0,5 %).

Попередня ферментативна обробка ріпакової м'ятки ферментним препаратом Протолад зменшує активність ліпаз в ній, що, в свою чергу, приводить до зниження значення кислотного числа вилученої олії на 0,7 мг КОН/г.

5. Встановлено, що використання ферментних препаратів Целюладу і Протоладу для обробки ріпакової м'ятки викликає збільшення значення пероксидного числа на 2,9 мМоль $\frac{1}{2}$ О/кг порівняно із контролем. Одночасно значення анізидинового числа зменшувалося на 0,7 одиниць.

Пресова ріпакова олія, одержана за розробленою технологією, має підвищену біологічну цінність за рахунок збільшення масової частки поліненасичених жирних кислот родини ω -6 та ω -3 на 4,36 % порівняно з контролем.

6. Розроблено технологічну схему, яка передбачає проведення додаткової технологічної стадії – витримування олійного матеріалу в реакторі для проведення ферментативного гідролізу м'ятки, висушування та дає можливість збільшити кількісний вихід пресової олії на 12,0 %. Розроблено технологічну інструкцію на виробництво олії ріпакової пресовим методом із використанням попередньої ферментативної обробки ріпакової м'ятки.

СПИСОК ПРАЦЬ, ОПУБЛІКОВАНИХ ЗА ТЕМОЮ ДИСЕРТАЦІЇ

1. Using of enzymes to extract of rapeseed oil by pressing / A. O. Cherstva [et al.] // *Ukrainian Journal of Food Science*. 2016. № 4 (1). P. 85-92.

2. Optimization of enzymatic processing of rapeseed / O. O. Kubaychuk, T. T. Nosenko, A. O. Cherstva // *International Journal of Advanced Research*. 2016. № 4 (3). P. 1736-1740.

3. Технологія олії з волоського горіха з використанням ферментних препаратів / Т. А. Королук [та ін.]. *Наукові праці НУХТ*. 2015. № 21 (2). С. 231-234.

4. Вплив попередньої ферментативної обробки ріпакової м'ятки на активність ліпази та показники якості олії / Т. Т. Носенко [та ін.] // *Наукові праці НУХТ*. 2017. № 23 (5). С. 229-235.

5. Composition and properties of partially hydrolyzed sunflower protein isolates / T. T. Nosenko [et al.] // *Ukrainian Food Journal*. 2016. № 5 (3). P. 451-461.

6. Influence of partial hydrolysis on the protein extraction from Sunflower meal / T. T. Nosenko [et al.] // *Ukrainian Journal of Food Science*. 2014. № 2 (2). P. 244-252.

Тези доповідей та матеріали конференцій

7. Sunflower protein hydrolysis degree by proteases / T. T. Nosenko [et al.] // *Scientific works of UFT*. 2015. № LXII. P. 64-67.

8. Черства, А.О. : Factors that influence on the efficiency of etraction proteins from sunflower meal. Матеріали 81 Міжнар. наук. конф. молодих учених, аспірантів і студентів, Національний університет харчових технологій, Київ, 23-24 квітня 2015

9. Черства, А. О., Ластовецька, А. В., Носенко, Т. Т. : Вплив обробки насіння ріпака ферментними препаратами на вихід пресової олії. Матеріали IV Міжн. науково-технічна конф. молодих учених та студентів, Тернопільський національний технічний університет імені Івана Пулюя, м. Тернопіль, 25-26 листопада 2015

10. Черства, А. О., Ластовецька, А. В., Носенко, Т. Т. : Використання ферментних препаратів в технологіях вилучення олії з насіння олійних культур. Матеріали IX Міжнародній конференції «*Масложировая отрасль. Технологии и рынок*», Національний університет харчових технологій, Київ, 1-2 червня 2016

11. Черства, А. О., Ластовецька, А. В., Носенко, Т. Т. : Використання математичних методів планування експерименту для удосконалення ферментативної технології вилучення олії із ріпакового насіння. Матеріали 82 Міжнародній науковій конференції молодих учених, аспірантів і студентів, Національний університет харчових технологій, Київ, 13-14 квітня 2016

12. Черства, А. О., Ластовецька, А. В., Носенко, Т. Т. : Обробка насіння ріпаку з використанням ферментних препаратів комплексної дії. Матеріали V Міжн. наук.-техн. конф. "*Перспективи розвитку м'ясної, молочної та олієжирової галузей у контексті євроінтеграції*", Національний університет харчових технологій, Київ, 7 – 8 листопада 2016

13. Черства, А. О., Носенко, Т. Т., Ластовецька, А. В. : Вплив целюлолітичних та протеолітичних ферментних препаратів на якісні показники ріпакової макухи. Матеріали 83 Міжнародній науковій конференції молодих учених, аспірантів і студентів, Національний університет харчових технологій, Київ, 5-6 квітня 2017.

Патенти

14. Спосіб попередньої ферментативної обробки м'ятки насіння ріпаку : пат. 112217 Україна. № 201605469 ; заявл. 20.05.2016 ; опубл. 12.12.2016, Бюл. № 23(кн. 1). 120 с.

Особистий внесок здобувача: проведення експериментальних досліджень, участь в обговоренні, аналіз результатів, підготовка матеріалів до публікації [1-13], проведення патентного пошуку, розроблення патенту, підготовка матеріалів до патентування [14].

АНОТАЦІЯ

Черства А. О. Удосконалення технології пресового вилучення ріпакової олії з використанням ферментних препаратів. – Кваліфікаційна наукова праця на правах рукопису.

Дисертація на здобуття наукового ступеня кандидата технічних наук за спеціальністю 05.18.06 – технологія жирів, ефірних масел і парфумерно-косметичних продуктів. – Національний університет харчових технологій МОН України, Київ, 2018.

Робоча гіпотеза дисертаційної роботи полягає в тому, що використання комбінованих ферментних препаратів під час підготовки олійного насіння до стадії пресування дозволить збільшити вихід олії внаслідок дії біокаталізаторів на структуру олійного матеріалу. На підставі цього, основними завданнями роботи є дослідження дії целюлозолітичних і протеолітичних ферментів на клітинні стінки насіння ріпаку, підбір оптимальних співвідношень субстрату та біокаталізаторів, визначення впливу технології на якість отриманої олії, виробнича апробація результатів роботи.

Проведеними експериментальними дослідженнями в лабораторних умовах запропонована гіпотеза набула підтверджень відносно того, що за допомогою дії ферментів на клітинні стінки олійного матеріалу перед пресуванням вдається вивільнити більшу кількість олії з високими показниками якості, ніж традиційними методами.

Встановлено, що ефективність пресового вилучення олії можна збільшити, використовуючи ферментативну обробку м'ятки насіння ріпаку. Використання ферментних препаратів целюлозолітичної та протелітичної дії для попередньої обробки олійної м'ятки збільшує кількість розкритих клітин і підвищує вихід олії із м'ятки насіння ріпаку.

Визначено кількісний вихід ріпакової олії після попередньої ферментативної обробки ріпакової м'ятки та встановлено його залежність від основних технологічних показників процесу пресування.

Побудовано поліноміальну регресійну модель залежності ефективності пресового вилучення ріпакової олії від параметрів попередньої ферментативної обробки – тривалості та масової частки ферментних препаратів із заданою активністю.

Розроблено технологічну схему та технологічну інструкцію на виробництво олії ріпакової пресовим методом із використанням попередньої ферментативної обробки ріпакової м'ятки.

Ключові слова: пресування, ферментні препарати, ріпакова м'ятка, попередня ферментативна обробка, ферментативний гідроліз, кількісний вихід олії.

SUMMARY

Cherstva A.O. Improvement of technology of press extract of rapeseed oil using enzyme preparations. - Manuscript.

Thesis for degree of Candidate of Technical Sciences in speciality 05.18.06 - Technology of fat, essential oil and perfume and cosmetic products. - National University of Food Technologies of Ministry of Education and Science of Ukraine, Kyiv, 2018.

On the basis of the published literature review, it has been established that a number of factors have a significant influence on the process of mechanical spin of rapeseed oil from seeds. In addition to commonly known and known factors such as process temperature, working pressure in the apparatus, moisture-thermal treatment of the material subject to compression, the relationship between the press structure and the physical and mechanical properties of the pulp (temperature, humidity, and the depth of denaturation of the protein compounds) is also determinative. The conducted researches have revealed that

in the traditional modes of moisture-thermal treatment of oil material and in the process of mechanical oil spill does not achieve the complete destruction of the cell structure, and fragments of undiluted cells and lipid-containing spheres remain present.

The working hypothesis of thesis is use of combined enzyme preparations to prepare the oilseeds for pressing will increase the yield of oil due to the effect of biocatalysts on the structure of the oil material. On the basis of this, the main tasks of this work are to study the effect of cellulase and proteolytic enzymes on cell walls of rapeseed, selection of optimal ratios of substrate and biocatalysts, determination of the impact of technology on the quality of the obtained oil, industrial testing of the results of work.

The experimental study, which was carried out under laboratory conditions has shown that it is possible to release a greater quantity of oil with better quality characteristics than the traditional methods of extracting oil due to the enzymes action on the cell walls of the oil material.

It has been established, that the efficiency of rapeseed pressing can be increased by using enzymatic pretreatment of crushed rapeseed. The use of cellulosic and proteolytic enzyme preparations for pre-treatment of crushed oil seeds increases the number of exposed cells and increases the oil yield from rapeseed.

The quantitative yield of rapeseed oil after the previous enzymatic treatment of the rapeseed has been determined and its dependence on the basic technological parameters of the pressing process has been detected.

A polynomial regression model of dependence of rape seeds pressing efficiency from enzymatic pretreatment parameters namely duration treatment and quantity of enzymes with fixed activity was constructed.

A technological scheme and technological instruction for the production of rapeseed oil by a press method with the use of preliminary enzymatic treatment of crushed rapeseed were developed.

Key words: pressing, enzyme preparations, crushed rapeseed, enzymatic pretreatment, enzymatic hydrolysis, quantitative yield of oil.