## МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования

«Крымский федеральный университет имени В.И. Вернадского» АКАДЕМИЯ БИОРЕСУРСОВ И ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЯ

На правах рукописи

#### Горбунова Елена Викторовна

# ОБОСНОВАНИЕ ОСНОВНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ ТЕХНОЛОГИИ КОМПЛЕКСНОЙ ПЕРЕРАБОТКИ СЫРЬЯ ФЕНХЕЛЯ ОБЫКНОВЕННОГО (FOENICULUM VULGARE MILL.)

Специальность 05.18.01 – технология обработки хранения и переработки злаковых, бобовых культур, крупяных продуктов, плодоовощной продукции и виноградарства

Диссертация на соискание ученой степени кандидата сельскохозяйственных наук

Научный руководитель: кандидат сельскохозяйственных наук, старший научный сотрудник Тимашева Лидия Алексеевна

### СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	5
РАЗДЕЛ 1. АНАЛИТИЧЕСКИЙ ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ	11
1.1 Общие сведения о фенхеле обыкновенном	11
1.1.1 Ботаническая характеристика вида фенхеля	11
1.1.2 Локализация эфирного масла фенхеля обыкновенного	14
1.1.3 Оптимальные сроки уборки сырья фенхеля обыкновенного	15
1.2 Фенхель обыкновенный как источник биологически активных веществ	18
1.3 Отходы производства после переработки сырья фенхеля	22
1.4 Опыт и перспективы применения фенхеля в пищевой, парфюмерно-	
косметической и фармацевтической промышленности	25
1.5 Анализ существующих технологических схем переработки фенхеля	27
РАЗДЕЛ 2. ОБЪЕКТЫ, МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ	
<b>ИССЛЕДОВАНИЯ</b>	37
2.1 Объекты исследования	37
2.2 Методики оценки исследуемого материала и полученных продуктов	40
2.3 Почвенно-климатические и метеорологические условия места	
проведения исследования	45
2.4 Фенологические исследования фенхеля обыкновенного сорта	
Мэрцишор в условиях предгорной зоны Крыма	48
РАЗДЕЛ 3. РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ	53
3.1 Изучение физико-химических показателей сырья для производства	
эфирного масла фенхеля обыкновенного	53
3.1.1 Технологические свойства сырья фенхеля обыкновенного	53
3.1.2 Динамика накопления эфирного масла и определение технической	
зрелости сырья фенхеля обыкновенного сорта Мэрцишор	54
3.1.3 Определение промышленной части растений фенхеля обыкновенного	65
сорта Мэрцишор	
3.1.4 Хранение фенхеля обыкновенного	68

3.2 Влияние способа переработки сырья фенхеля обыкновенного на	
количество и качество извлекаемых продуктов	71
3.2.1 Технологическая оценка способов переработки сырья фенхеля	
обыкновенного сорта Мэрцишор	71
3.2.2 Закономерности кинетики извлечения целевых продуктов	74
3.2.3 Определение и установление оптимальной интенсивности режима	
отгонки эфирного масла фенхеля	77
3.3 Разработка технологии извлечения биологически активных веществ из	
отходов фенхеля обыкновенного	79
3.3.1 Технология получения натуральной душистой воды фенхеля	79
3.3.2 Технология получения концентрата фенхеля обыкновенного сорта	
Мэрцишор	81
3.3.3 Технология получения водно-спиртового экстракта фенхеля	83
3.3.4 Исследование конкрета из отходов фенхеля после извлечения	
эфирного масла	90
3.4 Исследование воска фенхеля, полученного в процессе экстракции	
целых растений фенхеля	91
3.5 Разработка технологии комплексной переработки плодов фенхеля	
обыкновенного	93
РАЗДЕЛ 4. ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ АСПЕКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ СЫРЬЯ	
ФЕНХЕЛЯ И ЭКОНОМИЧЕСКАЯ ЭФФЕКТИВНОСТЬ	99
4.1 Разработка требований к сырью для промышленной переработки	
фенхеля обыкновенного сорта Мэрцишор	99
4.2 Предлагаемая технология комплексной переработки фенхеля	100
4.3 Технологическая схема комплексной переработки растений фенхеля	103
4.3.1 Технологическая схема комплексной переработки растений фенхеля с	
получением эфирного масла, натуральной душистой воды, концентрата	
фенхеля, водно-спиртового экстракта и конкрета отходов	104
4.3.2 Технологическая схема комплексной переработки растений фенхеля с	
получение конкрета, абсолю и воска	108

4.4 Расчет экономической эффективности от внедрения в производство	
комплексной технологии переработки растений фенхеля	113
выводы	119
РЕКОМЕНДАЦИИ ПРОИЗВОДСТВУ	121
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ	122
ПРИЛОЖЕНИЯ	138

#### **ВВЕДЕНИЕ**

**Актуальность работы.** В настоящее время развитие эфиромасличной промышленности требует совершенно нового подхода к использованию растительного сырья. Решением проблемы рационального использования растений является комплексная технология переработки, позволяющая повысить экономическую эффективность предприятия благодаря получению из него не только эфирного масла, но и получению других продуктов, содержащих целый ряд биологически активных веществ.

Как известно, переработка растительного сырья, для получения и использования продукции разного качества, сопровождается образованием значительного количества отходов на всех стадиях переработки. В связи с этим проблема комплексной переработки эфиромасличного сырья с использованием ресурсосберегающих технологий, которые включают в хозяйственный оборот первичные и вторичные отходы производства, приобретает особую актуальность и практическую значимость.

Такой подход к переработке растительного сырья вызывает потребность во всесторонних комплексных исследованиях состава и свойств исходного эфиромасличного сырья, отходов его переработки, а также совершенствование способов получения эфирного масла, экстрактов и других биологически активных веществ.

Расширение ассортимента натуральных продуктов отечественного производства позволит снизить зависимость от поставок импорта, выпускать натуральную продукцию с более низкой себестоимостью и тем самым повысить ее конкурентоспособность на международных рынках.

Фенхель обыкновенный (Foeniculum vulgare Mill.) является ценным лекарственным, пряно-ароматическим и эфиромасличным растением, содержащий большое количество биологически активных компонентов, среди которых основным является эфирное масло.

Недостаточная изученность фенхеля обыкновенного, как сырья для получения биологически активных веществ, привела к формированию основной цели наших исследований.

Актуальность темы исследования подтверждается тем, что она включена в перечень тем научно-исследовательских работ Южного филиала Национального университета биоресурсов и природопользования Украины «Крымского агротехнологического университета» по теме «Разработка и усовершенствование энергосберегающих технологий переработки сельскохозяйственной продукции» (номер государственной регистрации 0111U008808), раздел «Обоснование основных элементов технологии комплексной переработки сырья фенхеля обыкновенного (Foeniculum vulgare Mill.)» и соответствует тематике кафедры технологии и оборудования производства жиров и эфирных масел.

Степень разработанности проблемы. Проведенные исследования основаны на научно-теоретических трудах и экспериментальных учениях: Т.И. Дегерменджиевой, Б.И. Иванова, Л.В. Коваленко, Г. Мустяцэ, В.Н. Паукова, К.Г. Персидской, Д.Я. Редьки, Н. Рошка, И.И. Тернинко, Д.Ф. Шкурата, иностранных ученых М. Ashraf, U. Topal, M. Sasaki, J.B Patel, J.Chowdhury, A. Damayanti, M. Özcan.

#### Цель и задачи исследования.

Целью диссертационной работы является теоретическое обоснование и разработка технологии комплексной переработки сырья фенхеля обыкновенного сорта Мэрцишор.

В соответствии с поставленной целью решались следующие задачи:

- изучение качественного состава сырья фенхеля обыкновенного в разные фазы вегетации и установление оптимальных сроков уборки сырья в условиях предгорной зоны Крыма;
- исследование изменения качества сырья, происходящего в процессе хранения фенхеля и определение продолжительности его хранения;
- изучение качественного состава отходов фенхеля после дистилляции и предложение эффективных способов их переработки;

- обоснование перспективности экстрагирования фенхеля (отходов) после паровой дистилляции органическими и водно-спиртовыми экстрагентами;
- разработка схемы комплексной переработки сырья фенхеля обыкновенного;
- разработка нормативно технической документации на технологию комплексной переработки сырья фенхеля и на полученную продукцию;
- оценка экономической эффективности внедрения производства при технологии комплексной переработки фенхеля обыкновенного.

#### Объект и предмет исследования.

Объект исследования — целые растения фенхеля обыкновенного (Foeniculum vulgare Mill) сорта Мэрцишор, произрастающие в предгорной зоне Крыма, а также отходы после извлечения эфирного масла.

*Предмет исследования* — технология комплексной переработки фенхеля обыкновенного.

**Теоретическая и методологическая база исследования.** Для оценки и интерпретации результатов исследования были использованы общепринятые и модифицированные физико-химические, органолептические, экспериментальностатистические методы исследования.

Достоверность полученных результатов обеспечивалась проведением опытов не менее чем в 3-5-кратной повторности.

Результаты исследований обрабатывали с использованием методов математической статистики, корреляционного и регрессионного анализов, с помощью пакетов прикладных программ MICROSOFT EXCEL и Statistica. Уровень доверительной вероятности  $P_{\pi} = 95 \%$ .

#### Научная новизна.

Впервые показаны закономерности изменения количественного и качественного состава эфирного масла фенхеля и его распределение по органам растения, зависящие от фазы вегетации растения, погодных условий в предгорной зоне Крыма.

Обоснован выбор промышленной части фенхеля обыкновенного по

количественным и качественным характеристикам, определена модель промышленной части растений фенхеля для максимального извлечения целевых продуктов (эфирное масло, конкрет, абсолю, воск и экстракты).

Впервые установлены сроки хранения фенхеля срезанного в фазу молочновосковой зрелости плодов на центральном зонтике для получения эфирного масла.

Впервые установлено и математически описано изменение выхода компонентного состава целевых продуктов: эфирного масла, конкрета и абсолю в зависимости от параметров технологического процесса (продолжительности гонки, скорости гонки и степени извлечения).

Впервые определены условия извлечения экстрактивных веществ из отходов фенхеля после извлечения эфирного масла, математически описана зависимость выхода экстрактивных веществ от концентрации этилового спирта и температуры процесса.

Научно и экспериментально обоснована целесообразность и высокая эффективность комплексной переработки фенхеля обыкновенного, позволяющая в едином технологическом процессе получать продукты, обладающие биологически активными веществами.

Впервые исследован качественный и количественный состав водноспиртовых экстрактов, концентрата, натуральной душистой воды, абсолю, конкрета из отходов фенхеля после извлечения эфирного масла.

Доказано, что измельчение плодов фенхеля обыкновенного в процессе паровой дистилляции позволяет увеличить выход эфирного масла.

#### Положения, выносимые на защиту:

- 1. Комплексная переработка фенхеля обыкновенного с получением новых натуральных продуктов, обладающих биологически активными веществами.
- 2. Химический состав фенхеля и закономерности его изменения, связанные с вегетационным периодом в условиях предгорной зоны Крыма.

- 3. Оптимальный срок уборки фенхеля целыми растениями и закономерности изменения химического состава сырья, происходящие в процессе продолжительности его хранения в течение года.
- 4. Индивидуальный состав эфирных масел, натуральной душистой воды, концентрата, водно-спиртового экстракта, конкрета отходов, конкрета, абсолю и воска фенхеля обыкновенного.
- 5. Особенности влияния технологических факторов на состав и качество извлекаемых натуральных продуктов.
- 6. Технико-экономическое обоснование технологии комплексной переработки фенхеля обыкновенного.

Практическая значимость результатов исследований. основе полученных исследований разработана данных технологическая схема комплексной переработки фенхеля обыкновенного, позволяющая получать эфирное масло, натуральную душистую воду, концентрат фенхеля, конкрет, абсолю из первичного, а также водно-спиртовые экстракты, конкрет отходов фенхеля и воска из вторичного сырья. Разработаны и утверждены проекты технических условий на водно - спиртовый экстракт, конкрет отходов фенхеля и воск. Определены качественные характеристики сырья фенхеля (целые растения), которые включены в проект национального стандарта Украины на сырье фенхеля обыкновенного для промышленной переработки.

Разработаны и утверждены технологические инструкции на производство конкрета и водно-спиртового экстракта отходов фенхеля обыкновенного.

Предложена и внедрена технология комплексной переработки сырья фенхеля обыкновенного на предприятии ООО «ТРИА», г. Симферополь.

Экономический эффект от внедрения технологии комплексной переработки и реализации новых натуральных продуктов в объеме 100 тонн в год составил 1307,8 тыс. руб.

**Личный вклад соискателя.** Научное обоснование, постановка цели и задач исследований, организация, планирование и проведение эксперимента, обработка и обобщение результатов исследований, разработка и совершенствование

технологии, подготовка результатов к опубликованию, участие в проведении производственных испытаний.

Реализация и апробация работы. Материалы диссертации докладывались и обсуждались на I и II Международной научно-практической Интернет конференции «Прикладная наука и инновационный путь развития национального производства» (Тернополь, 2012 и 2013); на VIII Международной научнопрактической конференции «Развитие научных исследований 2012» (Полтава, 2012); на Международной научно-практической конференции «Проблемы механизации производства и технологии переработки сельскохозяйственной (Симферополь, 2013 и 2014); на Международной научнопродукции» практической конференции «Научные исследования — теория и эксперимент 2013» (Полтава, 2013); на I Всеукраинской научно-практической конференции ученых «Перспективные направления научных исследований молодых лекарственных и технических культур» (Лубны, 2013).

**Публикации.** По материалам диссертационной работы опубликовано 15 научных статей, из них 8 в издательствах, рекомендованных ВАК РФ, 6 тезисов докладов, 1 проект Национального стандарта.

Структура и объем диссертации. Диссертационная работа изложена на 248 страницах, включая 137 страниц основного текста и 111 страниц приложений, содержит 36 таблиц, 21 рисунок и состоит из введения, аналитического обзора литературы, объектов и методов исследований, результатов собственных исследований, заключения и приложений. Список использованной литературы насчитывает 163 наименований, в том числе 30 иностранных авторов.

#### РАЗДЕЛ 1. АНАЛИТИЧЕСКИЙ ОБЗОР ЛИТЕРАТУРЫ

#### 1.1 Общие сведения о фенхеле обыкновенном

Название фенхель обыкновенный (Foeniculum vulgare Mill.) происходит от латинского уменьшительного «foenum» - сено. Его также называют укропом аптечным, укропом сладким или укропом волошским [85,95].

Страны Средиземноморья, в частности Италию считают родиной фенхеля обыкновенного. Первоначально его выращивали как лекарственное растение, а потом и как овощную культуру [62,82,89]. В диком виде он встречается во Франции, Испании, Португалии, в Северной Африке, в Крыму, на Кавказе и на юге Средней Азии на сухих каменистых склонах или в степных районах [103-105]. Фенхель возделывается как пряно-ароматическое растение с древних времен, его использовали египтяне, арабы, китайцы, индийцы [22,54]. В настоящее время фенхель культивируется по всему миру [106]. Выращивают его во многих европейских странах, в Китае, Японии, Индии, Северо-Восточной Африке, в южных районах США и Мексике [160]. В России фенхель стали разводить с XVII века как лекарственное растение [19]. В настоящее время в странах СНГ фенхель возделывают в Украине (Черновицкая область [8]), в Молдове и России (Республике Крым и Краснодарский край) – в регионах с мягкой зимой, теплым продолжительным летом и достаточно хорошей обеспеченностью влагой [131].

На сегодняшний день эфирное масло фенхеля производят в основном в Европе – во Франции, Германии, Венгрии, Болгарии, Испании, Италии, а также в Индии, Египте, Иране и Аргентине [137,140,153].

#### 1.1.1 Ботаническая характеристика фенхеля обыкновенного

Все сорта и формы фенхеля специалисты делят на две группы — обыкновенный фенхель и овощной [103-105].

Для овощных целей выводят сорта фенхеля с нежным запахом, а также сорта с хорошим качеством зелени. Богат ассортимент овощных форм с кочанчиками. Они отличаются формой и окраской розетки листьев, а главным образом — формой и размером кочанчика. Встречаются два сорта фенхеля: с плоскими кочанчиками и круглыми кочанчиками [106]. В Украине и в странах СНГ допущены к использованию 6 сортов и один гибрид фенхеля: Аромат, Лидер, Лужниковский Семко, Осенний Красавец, Руди F1, Сопрано и Удалец. В продаже есть и другие сорта (Казанова и пр.) [55]. Известны и зарубежные сорта формирующие отличные овощные кочанчики: Флорентийский, Итальянский круглый, Сицилийский [105]. Популярны современные сорта: Napoletano, Zefa Fino, Zefa Tardo [101].

Фенхель обыкновенный делится по скороспелости, облиственности, урожайности на семена и зелень. Селекционных сортов фенхеля до 1984 г. не было, на Украине возделывали только местную Черновицкую популяцию, позднюю для основной зоны возделывания и с содержанием анетола в эфирном масле 64,0-67,0 %, в связи с этим во ВНИИЭМК была поставлена задача по выведению скороспелого сорта. В настоящее время в «Государственный реестр сортов растений Украины» включено три сорта – Мэрцишор, Оксамит Крыма и Крымский, собственником которых является Институт сельского хозяйства Крыма [39].

Сорт Крымский — сложная гибридная популяция, созданная на основе внутривидовой гибридизации высокоурожайных скороспелых экотипов с высоким содержанием анетола в эфирном масле. Сорт раннеспелый. Урожайность плодов – 20,3 ц/га, массовая доля эфирного масла (при стандартной влажности плодов 12 %) – 5,45 % на абсолютно-сухую массу, сбор эфирного масла – 98,9 кг/га, содержание анетола в масле – 72,0 %.

Сорт Оксамит Крыма, селекционер М.М. Журбенко. Сорт скороспелый. По данным конкурсного сортоиспытания урожайность плодов -11,3 ц/га, массовая доля эфирного масла -6,16 % на абсолютно сухую массу, содержание анетола в масле -73,6 %, сбор эфирного масла -76,5 кг/га.

Сорт Мэрцишор (селекционер М.М.Журбенко) был получен методом индивидуального отбора из ранее созданной высокомасличной популяции. Сорт среднеспелый (вегетационный период — 131 день). По данным конкурсного сортоиспытания урожайность плодов — 15,8 ц/га, массовая доля эфирного масла — 7,17 % на абсолютно сухую массу, содержание анетола в масле — 69,9 %, сбор эфирного масла — 99,1 кг/га.

Фенхель относится к семейству Сельдерейные (Аріасеае) [104-105]. Фенхель обыкновенный (Foeniculum vulgare Mill.) — многолетнее травянистое растение высотой до 2 м (рис. 1.1). Корень стержневой, мясистый, веретенообразный, малоразветвленный, желтовато-белый. Стебель однолетний, прямостоячий, ветвистый, полый, округло-слаборебристый, с сизым оттенком, несущий на себе ветви первого, второго и последующих порядков. Каждая ветка заканчивается зонтиком, состоящим из 11-27 простых зонтиков. Листья многократно-перисторассеченные, голые, нижние — черешковые, средние и верхние — охватывают стебель длиной 3-5 см. Наиболее крупные и сложные листья расположены в нижней части стебля.



Рисунок 1.1 – Фенхель обыкновенный

Цветки мелкие, с опадающим пятилепестковым венчиком, лепестки длиной 1мм и шириной 3 мм. Имеет пять чередующихся с лепестками тычинок; пестик

ребристый, с двугнездной нижней завязью и одной семяпочкой в каждом гнезде. Цветки светло-желтого цвета. Соцветие — сложный зонтик, состоит из 10-25 простых зонтиков, в каждом из которых — 10-25 цветков.

Плод — двусемянка цилиндрической формы, голый, зеленовато-бурый, длиной до 10 мм и шириной 2,3-3,5 мм, с десятью продольными ребрышками; при созревании распадается на две семянки. В покровных тканях семянки на внешней стороне между ребрышками размещено четыре, а на внутренней стороне — два эфиромасличных канальца. Масса 1000 семян 6,5 г [111].

Листья и плоды имеют приятный запах и сладковато-пряный вкус. Цветение и созревание плодов у фенхеля проходят не равномерно. Растения начинают цвести в первый год. Первыми зацветают и образуют плоды центральные зонтики, а затем поочередно зонтики первого, второго и т.д. порядков. Созревшие плоды легко осыпаются. В Крыму в первый год жизни растения вегетационный период продолжается от 132 до 145, а во второй — от 140 до 155 дней [132].

#### 1.1.2 Локализация эфирного масла фенхеля обыкновенного

Эфирное масло в растениях фенхеля содержится во всех органах (от корней плодов) [129]. Компонентный состав эфирного масла в различных вместилищах разнообразен. Эфиромасличные вместилища фенхеля внешние и внутренние. Внутренние представлены тремя видами каналов, отличающиеся по размеру и месту расположения в тканях. Каналы первого вида расположены в коре корней, под поверхностными слоями клеток стебля и ветвей, черешков и прожилок листьев, лучей зонтиков, плодовой оболочки. Каналы второго вида находятся в глубоких внутренних тканях центрального стебля и ветвей, третьего вида – на внутренних поверхностях плода, которые являются самыми крупными Ha эфирного масла. поверхности вместилищами листьев имеются эфиромасличные волоски [123].

Количество эфирного масла во вместилищах изменяется по мере развития растения. В каналах первого и второго порядка наблюдается максимальное содержание эфирного масла в зеленых органах фенхеля до цветения, а в каналах первого и третьего вида — в период молочной зрелости плодов. Полностью исчезает эфирное масло фенхеля во вместилищах первого вида к моменту созревания плодов и пожелтения листьев, зато в каналах второго и третьего видов эфирное масло фенхеля хорошо сохраняется после созревания плодов. Со старением листьев растения в железистых волосках количество эфирного масла уменьшается [120].

Плоды фенхеля разделяются на полуплодики при созревании и содержат эфиромасличные канальцы. В тканях плодовой оболочки их насчитывается шесть: четыре на внешней стороне полуплодика и два на внутренней стороне [129]. Все эфиромасличные вместилища зрелых плодов защищены тканями одревесневшей оболочки, поэтому масло не теряется при хранении воздушносухого сырья и извлекается медленнее [122].

#### 1.1.3 Оптимальные сроки уборки сырья фенхеля обыкновенного

Эфиромасличным сырьем согласно ГОСТу 20460-7 являются плоды и полуплодики, предназначенные для промышленной переработки. Зерновое сырье фенхеля должно быть здоровое, в не греющемся состоянии. Иметь цвет и запах, свойственный нормальным плодам фенхеля. Влажность сырья не должна быть выше 16 %, доля сорной примеси — не более 12 %, эфиромасличной смеси данного растения — не более 20 % и эфиромасличной примеси других растений — не более 2 % [106].

Созревание плодов фенхеля на зонтиках разных порядков идет крайне неравномерно [102]. Первыми созревают плоды на зонтиках первого порядка, затем поочередно на зонтиках второго, третьего и так далее. Поэтому уборку фенхеля проводят раздельным способом. Когда плоды на центральных зонтиках и зонтиках первого порядка достигнут восковой зрелости, в это время плоды имеют

желто-бурую окраску, скашивают растения на высоте 25-30 см от поверхности почвы и укладывают в валки. И после частичного дозревания плодов и высыхания валков их подбирают и обмолачивают комбайном. Чтобы избежать дробления и повреждения плодов число оборотов барабана снижают до 700 в минуту [20].

С 1970 г. Касимовская Н.Н., Кащенко Г.Ф., Коваленко Л.В. и др. в качестве сырья для получения эфирного масла стали использовать целые растения фенхеля для увеличения сбора эфирного масла [63,65,68]. Фенхель убирали целыми растениями в фазу молочной спелости плодов на зонтиках первого порядка. Растения скашивали на высоте 30-50 см от поверхности почвы. В случае необходимости в процессе уборки растения измельчали до размера частиц 3-7 см [65,132].

Поступающее на завод свежесобранное сырье из целых растений фенхеля должно быть в не греющемся состоянии от светлого до темно-зеленого цвета, с запахом фенхеля [15]. Не должно иметь сорной примеси больше 8 %, сухих листьев и стеблей растений не больше 5 %, недозревших и перезревших растений фенхеля — не более 25 %. В сырье не допускается наличие почерневших, заплесневших растений фенхеля и примесей других эфиромасличных растений.

Обзор научно-технической литературы показал, что нет единого мнения о фазе технической зрелости фенхеля обыкновенного для уборки целыми растениями.

Касимовская Н.Н., Редька Д.Я., Шкурат Д.Ф. [64] рекомендовали проводить уборку растений фенхеля в фазу молочной зрелости плодов на центральном зонтике. При этом сбор эфирного масла составлял 116,55 кг/га, а массовая доля анетола — 38,6 %.

Рошка Н., Мустяцэ Г., Чернышова И.М., Персидская К.Г. [87,130] утверждали, что максимальное количество эфирного масла фенхеля отмечено в фазу молочно-восковой зрелости плодов на центральном зонтике, а содержание анетола в таком масле — 60-61 %.

Пауков В.Н., Иванова Б.И. и др. ученые из Молдавии [57] рекомендуют проводить уборку в фазу восковой зрелости плодов на центральном зонтике, вовремя которой содержание эфирного масла наивысшее и составляло 2,3 % на абсолютно-сухую массу, а концентрация анетола 71-73 %.

Коваленко Л.В., Шляпникова А.П. и др. рекомендуют уборку фенхеля целыми растениями на второй год, в фазу от молочной до молочно-восковой зрелости плодов на зонтиках первого порядка [68]. Для сорта Мерцишор выход эфирного масла составил 3,67 % на абсолютно сухую массу, а массовая доля анетола — 74,5 %, для сорта Крымский выход масла — 2,96 %, массовая доля анетола — 79,5 %.

В 1975 г. комбинатом «Крымская роза» [21,65] были проведены исследования по переработке целых растений фенхеля, скошенных в фазу побурения семян на центральном зонтике на установке НДТ-3М, опыт показал, что можно увеличить сбор эфирного масла в 2 раза с 1 га, но качество масла не соответствовало действующему стандарту. Растения фенхеля скашивали силосным комбайном на высоте 30-50 см от поверхности почвы с последующей погрузкой на транспортное средство [64].

Известно [106], что на количество эфирного масла, влияет фракционный состав промышленного сырья, который обусловлен высотой среза при уборке и составом различных морфологических органов растения, отличающих по количеству и качеству получаемого продукта. Поэтому высота среза изменялась от 10 см ниже первого сохранившегося листа [86], от 25 см [154] до 50 см от поверхности почвы [68] или до уровня зонтиков первого порядка [57].

Касимовская Н. Н., Коваленко Л.В., Баранова Н., Железняк Т. и др. указывали на значительную изменчивость содержания эфирного масла в органах растения в разные фазы вегетации [64]. Например, Рошка Н., Мустяцэ Г. [86] утверждали, что эфирное масло в сырье начинает накапливаться в фазу стеблевания 0,192 % и увеличивается до фазы молочной зрелости плодов на центральном зонтике 0,816 %, далее массовая доля эфирного масла фенхеля уменьшается до 0,708 %. Такой же процесс отмечался и по органам растения

фенхеля, т.е. количество эфирного масла в стеблях изменялось от следов до 0,720-1,290 %; в зеленых листьях - 0,348-0,216 % и в желтых листьях - 0,312-0,096 %; в стеблях от 0,084 % до 0,228 %.

В исследованиях ВНИИЭМК [64] содержание эфирного масла увеличивалось с 0,38 % при фазе цветения центральных зонтиков до 0,71 % при фазе восковой зрелости, а урожай сырья составил 5,5 т/га.

Пауков В.Н., Шаворская Т.А. и др. [57] проследили динамику накопления эфирного масла и установили, что изменения происходят с 0,051 % в фазу стеблевания и до 0,648 % при восковой зрелости плодов.

### 1.2 Фенхель обыкновенный как источник биологически активных веществ

Фенхель обыкновенный ценное лекарственное [14], пряно-ароматическое [55] и эфиромасличное растение [132], содержащее большое количество биологически активных компонентов, среди которых основным является эфирное масло. Установлено, что содержание и компонентный состав эфирного масла зависит от места сбора сырья, фазы вегетации при уборке, природно-климатических и метеорологических условий [106].

Количественный состав эфирного масла фенхеля в растениях различен, например, в растениях, произрастающих на территории Крыма составляет от 0,38 % до 0,81 % [63-65,68], в Молдавии — от 0,03 % до 0,82 % [57,86], в Индии — до 0,9 % [143] на сырую массу, в Иране — от 3,1% до 3,5 % [154], в Канаде — от 0,7 % до 4,6 % [139], в Египте — от 0,7 % до 3,0 % [147], в Пакистане — до 2,8 % [136], в Китае — до 3 % [152], в Индонезии — до 4,2 % [146] на абсолютно сухую массу.

Самое высокое содержание эфирного масла отмечено в зонтиках с плодами от 1,29 % до 1,93 % [64,86] на сырую массу, в листьях его количество изменяется от 0,29 % до 0,312 %, а в стеблях от следов до 0,24% [86] на сырую массу.

Многие авторы указывают на значительную изменчивость количества эфирного масла в фенхеле обыкновенном в процессе вегетации.

Пауков В.Н. и др. в 1968 году в Тбилиси на Международном конгрессе по эфирным маслам докладывали о накоплении эфирного масла фенхеля в растении от 0,051 % в фазу стеблевания и до 0,648 % при восковой спелости плодов [57].

Авторами из ВНИИЭМК [64] в 1971 году было изучено содержание эфирного масла, которое увеличивалось от 0,38 % при фазе цветения центрального зонтика и до 0,71 % при фазе восковой спелости плодов на центральном зонтике.

Мустяцэ Г. и др. в 2009 году исследуя сорт фенхеля Peren-1 определили, что эфирное масло фенхеля начинает накапливаться с появлением зонтиков (0,192 %) и до фазы молочной спелости плодов (0,816 %), а далее количество эфирного масла начинает уменьшаться (0,708 %) [86].

Как видно, сведения по количеству и распределению эфирного масла по разным морфологическим частям растения фенхеля обыкновенного в процессе его развития носит неоднородный характер, иногда противоречащий друг другу, и не дают четкую технологическую характеристику, которая и требует уточнения.

При изучении химического состава плодов фенхеля было обнаружено до 20 % белков [106,158], до 5 % сахаров [156], до 6,5 % эфирного масла [132] с характерным ароматным запахом и сладковато-пряным вкусом, в состав которого входят: анетол (до 68 %), α-пинен, β-фелландрен, лимонен, цинеол, п-цимол, метилхалвикол (до 10 %), терпинолен, камфора, фенхон (до 20 %), борнилацетат, цитраль, анисовый альдегид, следы анисовой кислоты и другие соединения [122,141,160].

Выход жирного масла составлял от 16 до 20 % [122,163], состоящее из петрозелиновой (60 %), олеиновой (22 %), линолевой (14 %) и пальмитиновой (4 %) кислот [122], масло используется для технических целей, а обезжиренные плоды (шрот) — на корм скоту [5].

Плоды содержат целый ряд биологически активных веществ таких как: тритерпенойды (α-амирин), стеройды (β-ситостерин, стигмастерин) [9,12],

(феруловая, синаповая, п-гидроксибензойная, фенолы и их производные кислоты) [57], флавонойды 3протокатеховая, ванилиновая (кверцетин, 3-арабинозид-кверцетин, изокверцитрин, 3-глюкуронид 3глюкуронид, арабинозид кемпферону) [122,135,155], кумарины (умбелиферон, скополетин, ксантотоксин, императорин, бергаптен, мармазен, колумбианетин, остенол, псорален, скопарон), хроман (α-токоферол 7-9 %, β-токоферол 1,5-2 %) [145], органичные кислоты (фумаровая, яблочная, винная, бензойная) [159].

Из плодов фенхеля получают препарат «Анетин» — сумму действующих веществ растения [105]. Он обладает спазмолитическим действием, особенно для гладкой мускулатуры кишечника, в меньшей степени для коронарных сосудов. В терапевтической практике этот препарат применяют при хронических спастических колитах, при спазмах органов брюшной полости, при хронической коронарной недостаточности. Так же эфирное масло входит в состав лакричного эликсира, применяемого от кашля [16].

В плодах содержится: зола - 6,48 % [114]; макроэлементы (мг/г); К - 20,60, Са - 21,10, Мп - 5,80, Fe - 0,20 [115]; микроэлементы: Мg - 0,11, Си - 1,05, Zn - 0,48, Сг - 0,02, Al -0,03, Se - 10,70, Ni - 0,03, Sr - 0,42, Pb - 0,04. В - 0,60 мкг/г; не обнаружены Со, Мо, V, Сd, Li, Ag, Au, Ва; концентрирует Сu, Se [122].

В фенхеле много солей железа, калия, фосфора, кальция, которые так необходимы для организма человека, они регулируют водный баланс кожи и предотвращают ее старение [131].

В 100 граммах фенхеля содержатся белки -15.8 г, жиры -14.9 г, углеводы -52.3 г, клетчатка -15.7 г, витамин В1 -0.41 г, витамин С -12 г, витамин В2 -0.35 г, витамин А -0.011 г. [17,122].

Корни растения содержат органические кислоты, эфирное масло (1,7 %), полиацетиленовые соединения, кумарины [115].

В надземных частях растения имеются кумарины (до 1,28 %), флавоноиды (0,9 %); в стеблях — органические кислоты, флавоноиды, антоцианы [18]. В траве фенхеля присутствуют гликозиды (3-арабинозиды кверцетина и кемпферола, кемпферол-3-глюкуронид, кверцетин-3-глюкуронид, кверцетин, феникуларин)

[135]; в листьях содержится около 150 мг % витамина С [122], до 65 мг % каротина [138], 2,2 мг % витамина  $B_5$  [140]; в зонтиках с плодами содержится до 24,63 мг % витамина С и до 4,5 % сахара [144].

Эфирное масло содержится во всех органах растения фенхеля. Эфирные масла представляют собой смесь веществ, в которые входят ненасыщенные и насыщенные, ароматические, терпеновые, сесквитерпеновые, моно-И бициклические углеводороды и их кислородсодержащие производные — спирты, альдегиды, кетоны, простые И сложные эфиры, кислоты, a также гетероциклические соединения [18]. Наиболее характерными компонентами эфирного масла являются терпены, а именно монотерпены и сесквитерпены. Монотерпены представляют собой летучие эфирные масла, которые отвечают за запах растения [22].

Компонентный состав эфирного масла фенхеля разнообразен и зависит от многих факторов, таких как природно-климатические условия, внутривидовая изменчивость, место произрастания и других. Химический состав эфирного масла из растений фенхеля, произрастающих в Молдавии, включает 15 соединений:  $\alpha$ -пинен, камфен,  $\beta$ -пинен,  $\Delta^3$ -карен, сабинен,  $\alpha$ -терпинен, мирцен,  $\beta$ -фелландрен, дипентен,  $\gamma$ -терпинен,  $\alpha$ -терпинен,

В эфирном масле фенхеля, выращенного в Иране, было установлено наличие основных компонентов: анетола (81,98 %), экстрагола (3,39 %), фенхона (6,97 %), n-цимена (3,74 %),  $\alpha$ -терпинена (0,45 %), сабинена (0,39 %) и  $\alpha$ -пинена (0,32 %) [154].

В эфирном масле из целых растений фенхеля, выращенных в Бангладеш, было обнаружено 32 соединения, из них 14 были уже описаны, остальные не были найдены в эфирном масле, такие как: 2-метоксибензинэтанол, 4-гексен-1-олацетат, аллил-3-метоксибензоат, апиол, цис-вербенол, фенилацетат, лимонен-1,2-эпоксид, метилизоэвгенол, п-амил изовалериат, октагидро-1-бензоципен, плинол, транс-карвил ацетат, транс-карвил пропинат, транс-р-2,8-ментадиен-1-ол, α-циркурмен, β-бисаболен, β-оцимен, β-физаплицин [145].

В эфирном масле фенхеля, выращенного в Индии [157] и в Египте [143] обнаружено 9 основных компонентов: анетол, экстрагол, фенхон, лимонен, анисовый альдегид, камфора, п-цимен, β-мирцен, α-пинен, только одно соединение фенилацетат в количестве 0,77 % было идентифицировано в эфирном масле из Египта.

Анетол, основной компонент эфирного масла фенхеля, широко используется в фармацевтической [19], пищевой [95] и мыловаренной промышленности [17] и служит сырьем для синтеза обепина — ароматического вещества с запахом цветков боярышника, применяемого в парфюмерии [18].

Экстракт СК-СО<sub>2</sub> фенхеля, полученный сверхкритической флюидной экстракцией природным диоксидом углерода содержит: терпеноиды ( $\alpha$ , $\beta$ -пинен, камфен, сабинен,  $\beta$ -мирцен, феландрен, цимол, лимонен,  $\gamma$ -терпен, фенхон, камфора, терпениол, эстрагол, анетол), жирные кислоты (тетрадекановая, пентадекановая, гексадекановая, пальмитиновая, октадиеновая, линолеиновая, олеиновая, стеариновая, эйкозановая, докозановая), фитостеролы (стигмастерол,  $\gamma$ -ситостерол) [59,148].

Таким образом, выше изложенные литературные данные доказывают, что количество эфирного масла зависит от географической зоны выращивания. Кроме того, в зависимости от места произрастания изменяется не только содержание эфирного масла, но и соотношение отдельных компонентов.

#### 1.3 Отходы производства после переработки сырья фенхеля

Эфиромасличная промышленность отличается от других промышленностей, содержанием большого количества отходов, которое составляет более 90% от исходного сырья [116,119]. Использование отходов и побочных продуктов, которые образуются при технологии переработки, является важным резервом роста объема производства.

В процессе переработки растительного сырья значительная часть биологически активных веществ, которые содержаться в побочных органах

растения, переходит в разряд отходов [118]. Вторичное сырье эфиромасличной промышленности до сих пор не нашло широкого применения. И в основном используется в качестве органических удобрений, кормов для животноводства [116] и только незначительное количество отходов используется для получения биологически активных веществ [9,60].

Поэтому одним из перспективных направлений переработки отходов эфиромасличного производства является получение из них биологически активных препаратов для косметической промышленности и медицины. Отходы эфиромасличного производства, в зависимости от культуры используемой для переработки, содержат различные группы веществ, которые обладают широким спектром фармакологических свойств [12].

Основными способами переработки эфиромасличного сырья являются дистилляция и экстракция органическими растворителями. В процессе извлечения целевых продуктов (эфирное масло, конкрет и другие) получают следующие виды отходов: дистилляционная вода, конденсат, воски.

Дистилляционная вода — количество ее может быть от 30 % до 120 % от массы перерабатываемого сырья [112]. В дистилляционной воде содержится от 3 % до 6 % эфирного масла. Из дистилляционной воды методами когобации или сорбции выделяют вторичные эфирные масла (когобационное) [82].

Конденсат — смесь клеточного сока растений и воды, которая образуется при конденсации пара на сырье и стенках аппарата, как правило, в количестве до 20 % от массы перерабатываемого сырья [117]. Конденсат содержит комплекс веществ, обладающих широким спектром биологической активности. Так при технологии комплексной переработки шалфея мускатного получают — салмус (лечебный концентрат) [128], а конденсат, который получается при переработке лаванды, может использоваться для получения душистых водно-спиртовых биоэкстрактов и водно-спиртовых дистиллятов [126].

Воск – побочный продукт при выделении абсолютных масел из конкретов в количестве от 10 % до 50 % от массы исходного конкрета [127]. Воск — это комплекс веществ липидного характера, содержащий предельные и непредельные

высшие углеводороды, высшие жирные кислоты, альдегиды, кетоны, спирты и их эфиры, и пигменты [124]. Все они являются ценным сырьем как для косметических изделий, так и в фармацевтической промышленности [22].

К отходам переработки эфиромасличного сырья относят также головные фракции и кубовые остатки, которые образуются при ректификации эфирных масел [97].

Переработка отходов эфиромасличных культур является одним из самых дешевых источников кормового и пищевого белка [119], сырьем для производства медицинских препаратов [99], кормовых добавок [100]. Жом и шрот используют на корм животным [60].

Утилизация отходов после переработки эфиромасличного сырья имеет экологическое и экономическое значение. В настоящее время наиболее целесообразны следующие направления использования утилизации отходов: переработка его методом микробиологической конверсии [58]; гидролиз разбавленной серной кислотой с последующей биохимической переработкой [87] и получение топливных гранул [119]. Поэтому, отходы могут быть использованы для получения биопрепаратов и кормов, обогащенных высокобелковыми добавками [114], витаминами и микроэлементами [115], которые позволяют улучшить экологическое состояние окружающей среды и расширить ассортимент выпускаемой продукции, а также повысить экономическую эффективность производства.

Таким образом, достигнутый уровень развития науки и техники дает возможность перерабатывать все без исключения побочные продукты и отходы эфиромасличного производства. Сейчас не существует технических ограничений для полного и рационального их использования. Нужен быстрый переход отрасли на безотходный тип производства, который повысит экономические показатели отрасли, решит проблему рационального природопользования при переработке сырья и улучшит экологическое состояние окружающей среды.

# 1.4 Опыт и перспективы применения фенхеля в пищевой, парфюмерно-косметической и фармацевтической промышленности

Эфирное масло фенхеля используется в пищевой [5], кондитерской [14], парфюмерной промышленностях [92]. Клиническими тестированиями установлена пригодность жесткой доли масла фенхеля в виде заменителя масла какао для фармацевтических целей [122]. Эфирное масло используется в парфюмерии для отдушки [117]. После извлечения эфирного масла из плодов получают жирное масло [162], которое находит применение в технике, а отходы, оставшиеся в последствии извлечения жирного масла, идут на корм скоту [119].

Фенхелевое масло применяется в ликероводочной промышленности для ароматизации алкогольных напитков, в частности ликеров и абсентов, иногда используется вместо можжевельника для ароматизации джина [89].

Фенхель обладает своеобразным сладковатым ароматом, слегка острым вкусом, широко используется в кулинарии многих народов [161]. Свежие листья любого вида фенхеля добавляют в салаты, овощные и рыбные супы, а также в соусы, майонезы. Итальянцы [149] любят их есть в маринованном виде. Зонтиками фенхеля ароматизируют огурцы, помидоры, кабачки и другие овощи при консервировании. Плодами фенхеля в размолотом виде посыпают мясо, жаренное на вертеле [18], ароматизируют сироп [122], добавляют в лекарственные чаи, ароматизированные воды [14].

Традиционно плоды фенхеля применяют как пекарскую пряность. Корень растения тоже используют в качестве пряности, он выступает как добавка в кондитерские, хлебобулочные изделия. Фенхель - ценный диетический продукт [34].

Спектр фармакологического действия фенхеля обыкновенного достаточно широк: он эффективен для ликвидации кишечных газов и симптомов метеоризма [16]; оказывает антиспастическое действие на мышечные ткани ЖКТ [16]; улучшает пищеварение [80]; обладает, обволакивающим действием [78]; снимает

боль в желудке [138]; помогает при невротической диспепсии [151]; обладает слабительным действием [83]; оказывает антибактериальный [99] и противовоспалительный эффект [129]; способствует отхождению мокроты [4]; успокаивает нервную систему [14]; оказывает заживляющее, антиоксидантное, мочегонное, ветрогонное действие [142]; расширяет сосуды сердца [9].

Неоспоримы и дезинфицирующие свойства фенхеля. Отваром семян фенхеля промывают глаза при конъюнктивитах, кожу при гнойничковых заболеваниях, очищает организм, выводит шлаки и токсины [23]. Масло фенхеля повышает аппетит, секрецию пищеварительных и бронхиальных желез, оказывает благотворное влияние на кожу [90]. Полоскание ротовой полости отваром фенхеля устраняет боль в горле и охриплость голоса [91]. Кашица из зеленой травы используется для удаления веснушек и кровоподтеков в косметологии.

Фенхелевое масло используется в ароматерапии, так как обладает биоэнергетическим действием [106]. В частности, выводит из эмоционального кризиса, восстанавливает душевное равновесие, препятствует возникновению чувства одиночества, обостряем ум [19].

Анетол, основной компонент эфирного масла фенхеля, широко используется в фармацевтической [71], пищевой [82] и мыловаренной промышленности [105] и служит сырьем для синтеза обепина — ароматического вещества с запахом цветков боярышника, применяемого в парфюмерии [17].

Из плодов фенхеля получают препарат «Анетин» — сумму действующих веществ растения [122]. Он обладает спазмолитическим действием, особенно для гладкой мускулатуры кишечника, в меньшей степени для коронарных сосудов. В терапевтической практике этот препарат применяют при хронических спастических колитах, при спазмах органов брюшной полости, при хронической коронарной недостаточности. Так же эфирное масло входит в состав лакричного эликсира, применяемого от кашля [77].

На мировом рынке появился новый продукт фенхеля — СК-СО<sub>2</sub> [59,97] экстракт фенхеля, который используется в косметической продукции в качестве компонента, оказывающего спазмолитическое, антибактериальное,

успокаивающее действие. Его рекомендуется применять в рецептурах детской косметики, средствах по уходу за чувствительной кожей [90].

#### 1.5 Анализ существующих способов переработки фенхеля

В литературе имеется достаточно сведений о способах получения эфирных масел. Наиболее полно все методы описаны в книге «Технология натуральных эфирных масел и синтетических душистых веществ» И.И. Сидорова и Н.А. Турышевой [116]. Эфиромасличное сырье перерабатывают физикои механическими методами. К первым способам получения химическими эфирных масел относятся: перегонка с водяным паром; экстракция летучими и нелетучими растворителями (мацерция); сорбция различными сорбентами (анфлераж динамическая сорбция); механический метод, который осуществляется прессованием или соскабливанием.

Перегонка с водяным паром — это самый распространенный метод получения эфирных масел, основанный на летучести их с парами воды, осуществляется при атмосферном давлении, при температуре около 100 °C. Столь низкая температура извлечения эфирного масла, компоненты которых имеют температуру кипения свыше 150 °C, является одним из главных достоинств метода. Сущность метода заключается в том, что при обработке эфиромасличного сырья паром, компоненты эфирного масла переходят в паровую фазу и в смеси с парами воды направляются на конденсацию, а затем на отделение воды, достоинством метода является простота, относительно низкая температура процесса, пожаробезопасность, высокая производительность труда, безвредность. К недостаткам можно отнести ухудшение качества эфирных масел за счет химических изменений компонентов, потери ценных душистых веществ, нелетучих с паром [112].

Экстракция летучими растворителями находит все более широкое применение в эфиромасличном производстве [3,13]. Метод основан на растворимости душистых веществ растений в органических растворителях.

Сущность заключается в обработке эфиромасличного сырья растворителем орошением или погружением в него. Кроме компонентов эфирного масла, из сырья извлекают труднолетучие смолистые вещества, обладающие фиксирующими свойствами, интересными запахами, и воскообразные вещества [40]. При этом получают масло конкрет, выход которого выше, чем эфирных масел, а запах полнее передает аромат растений ввиду извлечения всего комплекса душистых веществ и отсутствия химических изменений компонентов. Высокий выход, улучшенное качество экстрактивных масел, повышенные экономические показатели производства составляют главные достоинства метода.

Для повышения выхода эфирных масел используются различные приемы, которые включают дополнительную обработку сырья или модификацию самого процесса [56,73].

Несмотря на то, что сырье фенхеля обыкновенного является доступным, легко возобновляемым и богатым биологически активными веществами, комплексной технологии переработки данного сырья с получением целого ряда продуктов с биологической активностью не существует.

До настоящего времени фенхель использовали только для получения эфирного масла. На современном этапе развития эфирномасличного производства внедрены две технологии переработки фенхеля: перегонка с водяным паром эфирного масла из плодов [122] и из свежесрезанных растений фенхеля [86].

Плоды фенхеля перерабатывают в не измельченном виде в аппаратах периодического действия. Процесс ведут со средней скоростью отгонки от 5 % [116] до 6 % [68] от вместимости аппарата в течение 32 - 34 часов. По окончании отгонки эфирного масла прекращают подачу пара в аппарат, спускают конденсат и выгружают отходы. Содержание эфирного масла в отходах и дистилляционной воде 0,05 %. Декантация эфирного масла протекает при температуре 35-42 °C. Вторичное масло купажируют с первичным, отстаивают в течение суток, а затем фильтруют. Общие потери масла к сырью 0,1% [112].

Эфирное масло вторично подвергают перегонке с водяным паром с целью улучшения запаха и устранения окраски. Выход масла-ректификата зависит от

качества масла-сырца и достигает до 85 %, а массовая доля анетола до 74 - 78 % [68].

Эфирное масло из плодов фенхеля полностью удовлетворяет требованиям потребителя, но экономические показатели его производства невысокие за счет высокой осыпаемости плодов при уборке [63].

Свежие растения фенхеля перерабатывают в аппаратах непрерывного действия или в кубах-контейнерах [21]. Переработка растений на аппаратах НДТ-3M [65] производится со скоростью отгонки 800 л/ч, производительность — 1,5-2,1 т/ч и давление в магистрали —  $(29,43-49,05)\cdot 10^4$  Па. Декантация эфирного масла протекает при температуре 35-42  $^{0}$ C.

При переработке целых растений фенхеля в кубах-контейнерах КТТ-18 при массе загрузки сырья 3,5-4,0 т, скорость перегонки 700 л/ч, продолжительность составляет 2 часа [20].

Переработка свежих растений фенхеля является высокорентабельной, выход эфирного масла с 1 га повышается в 3 - 4 раза [63]. Однако масло из растений фенхеля вследствие высокого содержания терпеновых углеводородов имеет ограниченный сбыт. Из такого масла трудно получить анетол хорошего качества; выход товарного анетола ниже, чем из масла, полученного из плодов, что не позволяет, в дальнейшем получить продукт соответствующего синтеза — обепин.

Кравец Т.И., Персидская К.Г. и др. [71] разработали принципиально новый метод получения анетола жидкостной экстракцией. Метод отличается тем, что с целью повышения выхода и улучшения качества анетола смесь фенхелевого масла с водным конденсатом, полученного при паровой отгонке растений фенхеля, экстрагируют углеводородным растворителем [68]. Полученный экстракт концентрируют, охлаждают до минус 19 °C, выпавшие кристаллы анетола отделяют фильтрацией и промывают тем же углеводородным растворителем.

В НПО по эфиромасличным растениям специалистами Коваленко Л.В. и Дегерменджиевой Т.И. были проведены исследования экстракционного способа

переработки растений фенхеля [67]. Первые опыты по экстракции показали, что вся надземная часть растения является сырьем, пригодным для получения экстрактов. При проведении исследований использован способ экстракции комнатной температуре (навеска настаиванием при сырья продолжительность первого и второго настаивания 30 и 90 мин), а также способ температурной экстракции (навеска сырья – 100 г, трехкратное настаивание по 30 мин при температуре кипения растворителя). В качестве экстракционного бензина применяли нефрас ПІ-65-70. Полученные данные показали, что экстрактивные вещества, как и эфирное масло, сосредоточены в плодах и извлекаются труднее, чем из листьев и стеблей [68]. В основном это связано с трудностью извлечения эфирного масла, находящегося в плодах, диффузии которого препятствуют строение и структура плода и его эфиромасличных вместилищ. При экстракции целых растений и зонтиков при комнатной температуре в течение 2 часов дает выход экстракта ниже выхода эфирного масла и только при длительной экстракции (при 35 сливах в аппарате Сокслете) выход экстракта превышает выход эфирного масла. Листья и стебли экстрагируются легко, но доля экстракта из этих частей не превышает 30 % от общего его содержания в растении и поэтому существенно не влияет на общую скорость извлечения [67]. Температурная экстракция также не обеспечивает полного выделения продуктов экстракции.

Полученные экстракты имели различный внешний вид и запах. Конкрет из зонтиков — жидкая консистенция желтого цвета с запахом анетола. Конкреты из листьев и стеблей — мягкая мазеобразная консистенция темно-зеленого цвета с травянистым запахом. Конкрет из целого растения фенхеля — мазеобразный, зеленого цвета с приятным запахом растений фенхеля с приятным медовым оттенком. Исходя из выше сказанного, растения фенхеля относится к трудно экстрагируемому сырью.

Для более полного извлечения эфирного масла необходима дополнительная обработка сырья с целью обеспечения доступа растворителя к эфиромасличным вместилищам. Для этого сырье фенхеля перед экстрагированием обрабатывали

кипятком, ацетоном, хлористым метиленом, измельчали с раздавливанием тканей и плодов путем пропуска сырья через механический измельчитель шнекового типа, а затем экстрагировали углеводородным растворителем [67]. Как показали наиболее эффективным способ исследования, подготовки сырья экстрагированию являлся измельчение растений, который позволил получить выход конкрета в 3 раза выше и содержание летучей части в конкрете в 2 раза больше, чем без предварительной обработки сырья. Содержание летучей части и анетола увеличивается в конкрете после обработки сырья ацетоном в течение 30 минут, но из-за большого расхода дорогостоящего ацетона, был предложен способ экстракции растений смесью ацетона и углеводородного растворителя, в 5:1. Приведенные результаты исследования соотношении показали, повышение количества ацетона в смеси свыше 30 % нецелесообразно, так как не приводит к существенному повышению выхода конкрета, а качество его ухудшается за счет извлечения балластных примесей (красителей, углеводов, танинов) [68].

Коваленко Л.В. и Дегерменджиева Т.И. [67] получили результаты анализа конкретов фенхеля, которые показали, что применение смеси растворителей обеспечивают высокую степень извлечения из сырья ценных веществ: конкрета, эфирного масла, анетола и хлорофилла, причем эффект возрастает с увеличением доли ацетона в смеси. Однако эффективность извлечения отдельных групп соединений не одинакова: наибольшая она у хлорофилла и конкрета, значительно меньше была у эфирного масла и анетола. Это самое обстоятельство указало на увеличение доли нелетучей липидной части в конкрете фенхеля, что имело положительное значение при получении из конкрета биолипидного концентрата. Так для повышения эффективности предприятия отходы после извлечения эфирного масла из плодов фенхеля экстрагировали экстракционным бензином с получением конкрета отходов фенхеля, выход его составил от 1,6 до 2 % на абсолютно-сухую массу. Конкрет отходов фенхеля — мазеобразная масса зеленого цвета с запахом сухого сена. Конкрет отходов фенхеля по заключению

специалистов ВНИИСНДВ может быть использован для получения биолипидного концентрата.

Для этого в 1989 г. была проведена производственная проверка технологии получения экстракта фенхеля для последующего выделения из него биолипидного концентрата. Экстракцию проводили на экстракционной установке РЗ-ЭОА-3, дистилляцию мисцеллы — на установке НДК. Было переработано 18,3 т растений фенхеля, получено 56 кг конкрета с выходом 0,34 % к массе растений [68].

Из конкрета фенхеля методом растворения в этиловом спирте получены образцы абсолютного масла, выход составил от 58,0 до 63,0 % к массе конкрета. Абсолютное масло было прозрачной жидкостью темно-зеленого цвета с приятным запахом зелени с медовым оттенком [67].

Для разработки безотходной технологии переработки растений фенхеля отходы после переработки были проанализированы Крымской агрохимлабораторией на кормовую ценность [68]. Проведенными исследованиями было получено: сырого протеина (от 10,88-11,35 %), клетчатки (29,3-33,0%), жира (2,0-2,6%), золы (5,3-7,6%), кальция (0,62-0,69%), фосфора (0,24%), калия (0,41-1,22%), каротина (1,38-2,57 мг/кг). Следовательно, по содержанию протеина отходы фенхеля приближаются к злаковому сену, по содержанию клетчатки — к соломе, поэтому могут использоваться на корм животным.

По итогам этой работы предложена рациональная технология переработки сырья фенхеля, включающая переработку плодов и целых растений фенхеля. При переработке не измельченных плодов фенхеля получали эфирное масло, жидкостной экстракцией — анетол, отходы экстрагировали и получали конкрет отходов фенхеля.

При технологии переработки целых растений фенхеля получали абсолютное масло и биолипидный концентрат из конкрета, полученного методом настаивания, отходы после экстракции отправляли на дистилляцию, а далее на корм скоту.

Как видно, предложенные технологии позволяют получить из фенхеля не более двух целевых продуктов, при этом не весь богатый комплекс биологически активных веществ этого сырья извлекается. В других случаях получение одного продукта исключает выделение других. Недостатком этих способов для фенхеля обыкновенного является тот факт, что нет четких обоснованных условий переработки, что свидетельствует о единичном подходе, а не систематизацию научных исследований.

Предложенная экстракционная технология переработки фенхеля, безусловно, позволяет использовать полнее исходное сырье, варьировать в зависимости от потребности получения того или иного продукта: эфирного или абсолютного масел. Однако экстракционный способ производства требует оформления, сложного аппаратурного ЧТО приводит увеличению материалозатрат и энергозатрат, а также используется дорогостоящий гексановый растворитель, что тоже увеличивает себестоимость оборудования, а самое главное это производство опасно и не исключена возможность, как взрыва, так и пожара. Поэтому рентабельность такого производства возможна при условии максимального использования сырья с получением целого ряда целевых продуктов. Следует также отметить, что все существующие технологии переработки фенхеля носят скорее поисковый характер, чем рекомендательный, об этом свидетельствует то, что в каждой информации внимание уделяется выходу только основного продукта — эфирного масла.

Недостатком подхода, при котором все усилия переработчиков направлены на извлечение из сырья одного продукта, с дальнейшим его использованием в различных отраслях, экономически не выгодно. Это происходит из-за отсутствия фитохимической характеристики фенхеля, которая не позволяет объективно оценить растение как источник новых продуктов, содержащих комплекс биологически активных соединений. Оценка качества растительного сырья рекомендованная ГОСТам, Фармакопейными статьям и другой документацией, характеризует сырье в основном по одному компоненту — по целевому продукту, благодаря которому и организовано все производство, не учитывая качество и

характер остальных биологически активных веществ, составляющие отходы производства.

Снизить экономику производства эфирного масла фенхеля можно, прежде всего за счет комплексного использования всего растения, т.е. извлечение из него эфирного масла или конкрета, а также переработку отходов производства для получения новых продуктов, которые могут использоваться в медицине, пищевой, косметической и др. промышленности [69,102].

Комплексное использование актуально для растительного сырья, в состав которого входит ряд биологически активных веществ, таких как белки, углеводы, витамины, дитерпеновые и тритерпеновые соединения, растительные воски. Поэтому получение только одного эфирного масла экономически не оправдано.

Так для шалфея мускатного разработаны три схемы комплексной переработки [128], которые включают в себя следующие целевые продукты. По первой схеме: эфирное масло, полученное перегонкой с водяным паром; когобационного (лечебного масла ИЗ дистилляционных вод; салмуса концентрата); кормовой муки или удобрения. По второй схеме: эфирное масло, полученное перегонкой водяным паром; когобационного масла дистилляционных вод; салмуса; конкрет из отходов сырья после получения эфирного масла; склареол из конкрета отходов; мускаром — продукт, получаемый из конкрета отходов после выделения склареола; удобрение. И по третей схеме комплексной переработки шалфея мускатного: получение конкрета экстрагированием летучем растворителем; получение эфирного масла из конкрета перегонкой водяным паром; получение абсолютного cмасла спирторастворимая часть обезэфиренного конкрета; воска — нерастворимой в спирте части обезэфиренного конкрета; склареол из нелетучей части абсолютного масла; сальвирона (нелетучая часть абсолютного масла, которая осталась после выделения склареола).

Лаванду также экономически выгоднее перерабатывать комплексно, включая процессы дистилляции и экстракции с утилизацией отработанного сырья [126]. При этом получают первичное эфирное масло, вторичное эфирное масло,

конкрет из отходов и кормовую муку. Конденсат, который получается при переработке лаванды методом перегонки с паром, может использоваться для получения душистых водно-спиртовых биоэкстрактов и водно-спиртовых дистиллятов. Конкрет из отходов лаванды можно использовать для получения абсолютного масла и косметических восков или для получения биоконцентрата (омыляемая часть конкрета) или для очищенных восков (неомыляемая часть конкрета).

Приведенные примеры еще раз доказывают [126-128], что при комплексном использовании сырья, можно получить целый ряд новых продуктов, что улучшает экономические характеристики производства [91]. Проблему комплексной технологии переработки растений наиболее целесообразно рассматривать в совокупности с другими путями повышения эффективности производства. В первую очередь, это увеличения выходов продукта за счет разработки новой технологии или усовершенствования процессов и аппаратуры.

Сырье фенхеля обыкновенного содержит микроэлементы и макроэлементы, органические кислоты, белки, углеводы, витамины, дубильные вещества, аминокислоты, кумарины, флавоноиды, что обуславливает полисахариды, целесообразность комплексной переработки растения. Богатый комплекс ценных требует компонентов фенхеля обыкновенного поиск максимального ИХ извлечения из растительного сырья, что возможно только при комплексной технологии переработки. Работы такого плана с фенхелем обыкновенным сортом Мерцишор не проводили, именно это обстоятельство сделало невозможным широкую промышленную переработку данной культуры.

В связи с вышесказанным можно сделать следующие выводы:

• на основании проведенного анализа литературных источников по исследованию растений фенхеля и вопросов его переработки, следует отметить, что сведения о химическом составе носит фрагментарный характер, большинство технологических схем переработки направлено исключительно на получение эфирного масла, осуществляется переработка только свежеубранного сырья, нет

исследований по поиску возможных путей комплексного использования целых растений фенхеля;

- анализ литературных данных показал, что фенхель обыкновенный содержит эфирное масло во всех органах: в плодах (6,5 %), в листьях и цветках (0,9 %), в стеблях (0,2 %), в корнях (1,7 %), а также состав эфирного масла в различных органах растения разнообразен. Растения фенхеля содержат белки, сахара и ряд биологически активных веществ;
- фаза вегетации растения фенхеля оказывает значительное влияние на синтез и накопление биологически активных веществ. В литературе существуют неполные сведения, иногда противоречивые, по изменению содержания отдельных компонентов в процессе вегетативного роста растения, что затрудняет определение качества состава и выхода целевых продуктов при переработке целых растений фенхеля;
- комплексная технология переработки эфиромасличного сырья фенхеля позволит повысить экономическую эффективность предприятия благодаря получению из него не только эфирного масла, но и получению других продуктов, содержащих целый ряд биологически активных веществ.

# РАЗДЕЛ 2. ОБЪЕКТЫ, МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

Исследования проводились в течение 2011-2013 годов на кафедре технологии и оборудования производства жиров и эфирных масел в Южном филиале Национального университета биоресурсов и природопользования Украины «Крымского агротехнологического университета», в настоящее время Академия биоресурсов и природопользования федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Крымский федеральный университет им. В.И. Вернадского». Кроме того, в научной лаборатории качества сырья и продуктов переработки в Институте сельского хозяйства Крыма.

#### 2.1 Объекты исследования

Объект исследования — целые растения фенхеля обыкновенного (Foeniculum vulgare Mill) сорта Мэрцишор, произрастающие в предгорной зоне Крыма.

Фенхель обыкновенный сорта Мэрцишор, автор М.М.Журбенко. Сорт среднеспелый (вегетационный период — 131 день). По данным конкурсного сортоиспытания урожайность плодов — 15,8 ц/га, массовая доля эфирного масла — 7,17 % на абсолютно сухую массу, содержание анетола в масле — 69,9 %, сбор эфирного масла — 99,1 кг/га [39].

Сырье заготавливали в 2011-2013 гг. Требования к сырью согласно ДСТУ «Сырье фенхеля для промышленной переработки» (приложение Б). Зная, что состав вегетативной части растения фенхеля неодинаковый, смоделировали промышленный образец сырья для проведения опытов.

Для разработки нормативной документации, методик качественного и количественного определения биологически активных веществ использовали всю надземную часть растения фенхеля. Целые растения фенхеля обыкновенного

представляли собой измельченное сырье размером частиц от 2 до 5 см, срезанное в разные фазы вегетации на уровне 50 см от поверхности почвы.

Для проведения опытов с воздушно-сухим сырьем растения фенхеля собирали в фазу молочно-восковой зрелости плодов на центральном зонтике и высушивали на стеллажах в проветриваемом помещении до влажности сырья 10 - 13 % при температуре окружающей среды (25 °C) и относительной влажности 30 % [33]. Сырье представляло собой смесь цельных или частично измельченных различной длины облиственных стеблей с цветками и плодами, а также кусочки стеблей, листьев, зонтиков, цветков и плодов. Отбор проб проводили согласно ОФС 42-0013-03 [94]. Пробы для исследования хранили в лаборатории в соответствии с требованиями ГОСТ 17768 [28].

Объектом исследования служили также отходы растений фенхеля после извлечения эфирного масла методом дистилляции и экстракции углеводородным растворителем. Отходы фенхеля представляли собой измельченное растение зеленовато-коричневого цвета. Для исследования химического состава отходы высушивали в проветриваемом помещении до влажности 8-10 %. На извлечение экстрактивных веществ из вторичного сырья фенхеля оказывает степень их измельчения, так как при этом увеличивается поверхность массоотдачи. Так на основную массу вторичного сырья приходились фракции с размером 2 - 5 см, которые составляют 65 % — это наиболее характерная фракция для максимального извлечения.

Поскольку разработанная ранее нормативная документация на сырье фенхеля для промышленной переработки устарела, нами были научно обоснованы требования к качеству сырья фенхеля (целые растения), которые вошли в проект Национального стандарта Украины на сырье фенхеля для промышленной переработки (приложение Б).



Рисунок 2.1 – Структурная схема исследования

## 2.2 Методики оценки исследуемого материала и полученных продуктов

Схема изучения комплексной технологии переработки фенхеля обыкновенного и методы исследования получаемых продуктов представлена на рисунке 2.1.

Для исследования химического состава фенхеля обыкновенного использовали общепринятые в эфиромасличном сырье методы. Отбор проб плодов и сырья фенхеля осуществляли по общепринятым методикам ГОСТ 17082.1 и ГОСТ 28605 [26,27,29] метод отбора проб цветочно-травянистого сырья ГОСТ 28605 [30], отбор проб эфирного масла фенхеля, дистилляционной воды, экстракта, конкрета фенхеля, масла абсолю и полученных восков для проведения анализов осуществляли по ДСТУ ISO 356 – 2002 [50].

Влажность сырья (целые растения и плоды) определяли методом высушивания навески до постоянной массы при  $105~^{0}$ C [26,27,31].

Количественное определение эфирного масла в сырье осуществляли дистилляцией на установках гидродистилляции Гинзберга и Клевенджера и дистилляцией эфирного масла методом паровой дистилляции Далматова на оригинальной перегонной установке (патент на полезную модель № 16056 от 17.02.2006 - ИЭЛР УААН) [96,112].

Для определения содержания эфирного масла в аппарате Клевенджера навеску целых растений фенхеля, измельченную на отрезки длиной от 2 до 5 см или плоды, измельченные на лабораторной мельнице в течение 40 с, массой 50 ± 0,01 г немедленно количественно переносили в колбы вместимостью 500 см<sup>3</sup> и заливали водой в отношении 1:5. Затем колбы соединяли с аппаратом Клевенджера, градуировочная часть, которого заполнена водой и содержимое их кипятили в течение 120 мин. Начало отгонки отмечали с момента появления первых капель дистиллята. Интенсивность отгонки не превышала 45-50 капель в минуту (определяли секундомером). За 10 минут до окончания отгонки подачу воды в холодильник прекращали, холодильник прогревался и оставшиеся на его

внутренних стенках капли масла стекали в приемник. Затем выключали электроплитку и после охлаждения масла в градуированной части приемника до температуры окружающей среды производили отсчет его объема.

Сырье фенхеля обыкновенного (целые растения) в количестве 400 г, измельчали на отрезки длиной от 2 до 5 см и плотно укладывали в патрон, диаметр отверстий днища 1,0-1,5 мм. Патрон помещали в перегонный аппарат, в который заливали воду в сам аппарат и в рубашку до отметки. Аппарат герметично закрывали гидрозатвором, в котором имеется отверстие для соединения с холодильником с помощью резинового переходника. Под холодильником устанавливали приемник Далматова, заполненного водой и приемную емкость для сбора дистиллята. Продолжительность отгонки 120 мин с момента первых капель дистиллята. За 5 минут до конца отгонки прекращали подачу воды; холодильник прогревали и оставшиеся на его стенках капли масла смывались в приемник. После охлаждения приемника до температуры окружающей среды определяли объем выделившегося масла [88].

Органолептические (внешний вид, цвет, запах, вкус) и физико-химические (относительная плотность, показатель преломления, массовую долю анетола, растворимость) показатели качества эфирного масла фенхеля обыкновенного определяли по общепринятым методикам. [42-46,48-49].

Компонентный состав эфирного масла и их количественное содержание компонентов устанавливали методом ГЖХ анализа. Хроматограф «Кристалл 2000 М» с пламенно-ионизационным детектором, используя капиллярную кварцевую колонку (длина 40 м, внутренний диаметр 0,32 мм), заполненную карбоваксом 20 М (полиэтиленгликоль 20000), толщина пленки 0,51 мкм. Газноситель азот. Программированный нагрев колонки от 80 °C до 145 °C/мин. Скорость нагрева 2.5  $^{\circ}$ С/мин. Температура детектора 260  $^{\circ}$ С и испарителя 240  $^{\circ}$ С. Деление потока 1/100. Идентификацию компонентов проводили ПО относительному времени удерживания и методом добавок чистых веществ. Количественную оценку компонентов осуществляли методом внутренней

нормализации [25]. Полученные результаты подвергали статистической обработке по методике [125].

Определение скорости гонки осуществляли ротаметром или путем учета времени, в течение которого наполняется сосуд определенной емкости, поставленный под струю стекающего дистиллята. Замер скорости гонки и температуры дистиллята производили на выходе дистиллята из холодильника.

Для получения жирного масла обезэфиренный дистилляцией шрот плодов фенхеля с влажностью 8 - 10 % помещали в экстрактор аппарата типа Сокслет, заливали 2000 мл органического растворителя (нефрас) и экстрагировали при соотношении сырье экстрагент 1:1. Экстрагирование проводили в течение 3 часов. Затем проводили отгонку экстрагента на роторно-испарительной установке.

Определение выхода экстрактивных веществ водно-спиртового экстракта отходов фенхеля после извлечения эфирного масла осуществляли исчерпывающей экстракцией 96 %-м этанолом и водой [34,51]. Навеску 5 г измельченных отходов, просеянных через сито с отверстием диаметра 1 мм, поместили в коническую колбу вместимостью 200 мл, прибавили 50 мл растворителя (необходимой концентрации) и оставили настаивать в течении 60 мин. Затем колбу соединили с обратным холодильником и нагревали на водяной бане в течение 120 мин. После охлаждения колбу с содержимым вновь закрывали той же пробкой, взвешивали и потерю в массе восполняли растворителем. Содержимое колбы фильтровали в сухую колбу вместимостью 150 мл. Навеску фильтрата 25 мл поместили в чашку и выпаривали на водяной бане (при t=100  $^{0}$ C) до постоянной массы, затем охлаждали в течении 30 мин в эксикаторе и взвешивали. Результат определялся в процентах к исходной массе материала.

Для извлечения экстрактивных веществ использовали этиловый спирт различной концентрации. Этот растворитель не вызывает коррозии оборудования, доступен как многотоннажный продукт химической промышленности, имеет относительно низкую температуру кипения. Диэлектрическая постоянная его может быть изменена в больших пределах, что позволяет экстрагировать

широкий круг веществ [47]. Этиловый спирт является хорошим консервантом и экологически безопасен, что позволяет получать на его основе продукты для парфюмерно-косметической промышленности, так и для медицины. Содержание экстрактивных веществ в экстрактах, физико-химические показатели определялись по общепринятым методикам [84,93]. Компонентный состав экстракта определялся ГЖХ анализа [25].

Для определения массовой доли конкрета отходов фенхеля брали навеску отходов после извлечения эфирного масла из целых растений 100 г и заливали нефрасом марки А, который не должен оставаться после выпаривания, в соотношении 1: 10, перемешивали стеклянной палочкой для полного удаления пузырьков воздуха, закрывали пробкой и настаивали дважды по 30 мин. Сливаемую мисцеллу объединяли и упаривали в плоскодонной колбе на водяной бане до объема 70 мл при температуре 70-80 °C. Упаренную мисцеллу переносили во взвешенную на весах колбу на 100 мл и отгоняли оставшийся растворитель на кипящей бане. Затем колбу отсоединяли и держали в горизонтальном положении для удаления паров растворителя. Остатки растворителя из конкрета отходов фенхеля удаляли в течении 15 мин в сушильном шкафу при температуре 50-55 °C. После удаления растворителя колбу охлаждали до комнатной температуры и взвешивали [121].

Для определения массовой доли конкрета из целых растений фенхеля брали отобранную навеску измельченного сырья фенхеля массой 50 г, количественно переносили в коническую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup> и заливали 250 см<sup>3</sup> углеводородного растворителя (нефрас) и закрывали корковой пробкой. Колбу осторожно встряхивали вращательными движениями для смачивания сырья. Колбу с навеской и растворителем соединяли с обратным холодильником и помещали на водяную баню. Температура воды в бане не должна превышать температуру конца гонки растворителя, указанную в нормативной документации на растворитель, более чем на 5 °С. Экстракцию проводили методом двукратного настаивания сырья в течение 30 мин при температуре кипения растворителя. Мисцеллу после первого настаивания охлаждали и сливали в колбу с пробкой

вместимостью 500 см<sup>3</sup>, сырье вновь заливали растворителем в количестве 200 см<sup>3</sup> и проводили второе настаивание. Мисцеллу после второго настаивания охлаждали и объединили с первой, сливая их через воронку с ватным фильтром в чистую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>. Сырье в колбе и воронку с ватой промывали три раза порциями растворителя по 10-15 см<sup>3</sup> во избежание потерь мисцеллы. Полученную мисцеллу упаривали на установке для отгонки растворителя до 40-45 см.<sup>3</sup> Концентрированную мисцеллу после охлаждения до температуры окружающей среды фильтровали через плотный слой ваты в чистую, сухую взвешенную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Общий объем мисцеллы в колбе не должен превышать 85 см<sup>3</sup>. Колбу с мисцеллой помещали на водяную баню для отгонки оставшегося растворителя. Затем колбу отсоединяли положении для горизонтальном удаления паров растворителя. растворителя из конкрета фенхеля удаляли в течение 15 мин в сушильном шкафу при температуре 50-55  $^{0}$ С. После удаления растворителя колбу охлаждали до комнатной температуры и взвешивали [23].

Массовую долю дубильных веществ, в пересчете на танин, в сырье фенхеля определяли по методике, основанной на титровании водных вытяжек раствором перманганата калия в присутствии раствора индигосульфокислоты [23].

Массовую долю флавоноидов, в пересчете на рутин, определяли по принятой методике для растительного сырья [33].

Массовую долю свободной и связанной аскорбиновой кислоты (витамина С) определяли титрованием краской Тильманса (раствор 2,6-дихлорфенолиндофенолята натрия) окрашенных извлечений по методике [34].

При помощи качественных реакций и физико-химических методов анализа в сырье фенхеля обыкновенного обнаружены и идентифицированы: кумарины, флавоноиды, сапонины, липофильные вещества, полисахариды, гидроксикоричные кислоты, полифенолы, органические кислоты, аскорбиновая кислота [33,84].

Продукты, выделенные из фенхеля обыкновенного — эфирное масло, натуральную душистую воду, концентрат, конкрет, абсолю, водно-спиртовый экстракт, воск — анализировали по общепринятым методикам [33,34,84]. Помимо

количественной оценки выхода и динамики, получаемые продукты для характеристики их потребительских свойств анализировали органолептическими, физико-химическими и биохимическими методами. При анализе экстрактов и эфирных масел, конкрета, абсолю фенхеля, воска определяли цвет, запах, плотность, показатель преломления и компонентный состав выделенных продуктов [24-26,42-44,48-49].

Определение массовой доли в конкрете абсолю осуществляли по методу [84], который включает многократное растворение конкрета в этиловом спирте, кристаллизацию восков из раствора при минусовых температурах, фильтрацию и вакуум-обработку спиртовой мисцеллы.

Срок годности сырья устанавливали на образцах, собранных в 2011 году и хранившихся в соответствии с ГОСТ 9069 [32] в условиях лаборатории. Каждый месяц в сырье фенхеля обыкновенного определяли массовую долю эфирного масла и его компонентный состав.

Анализ сырья и выделяемых продуктов проводили в 5-кратной повторности. Полученные результаты обрабатывали статистически с уровнем достоверности — 95 % с применением пакета программы Statistica 6,0. Правильность экспериментальных данных оценивали с помощью методов математической статистики, для определения доверительных границ погрешности результатов [70].

Для математической и статистической обработки данных использовали также программный пакет Microsoft Excel, MathCAD.

## 2. 3 Почвенно-климатические и метеорологические условия места проведения исследования

Республика Крым расположена между  $42^023$ ° и  $46^015$ ° с.ш. и  $32^030$ ° и  $36^037$ ° в.д. Полуостров почти со всех сторон окружен морем: с запада и юга он омывается Черным морем, с востока Керченским проливом и Азовским морем, с запада заливом Сиваш (Гнилое море). На территорию Крымского полуострова

оказывает воздействие два разных типа климата – континентальный и средиземноморский [37].

Растения фенхеля обыкновенного выращивали на экспериментальном участке Южного филиала Национального университета биоресурсов и природопользования Украины «Крымский агротехнологический университет». Опытный участок расположен в Нижнем предгорном агроклиматическом районе, который является сравнительно теплым и не засушливым (высота над уровнем моря 100 - 300 м). Климат умеренно-континентальный, характеризуется неустойчивым увлажнением [1-2].

Среднегодовая температура воздуха +10,78  $^{0}$ С, средняя температура января +0,2  $^{0}$ С; июня +19,5  $^{0}$ С. Продолжительность безморозного периода 200-210 дней; сумма эффективных температур 3100 - 3200  $^{0}$ С. Средняя многолетняя сумма осадков составляет 515 мм, с колебаниями в отдельные годы от 250 до 600 мм. Оптимальная влажность воздуха в среднем 75 - 80 % весной, летом она снижается иногда до 20 - 30 % и даже ниже [37].

Зима обычно довольно мягкая, иногда умеренно – холодная. Самые низкие температуры отмечаются в январе, реже в феврале. Однако морозная погода в большинстве случаев, не продолжительная и часто сменяется длительными оттепелями. Сумма осадков за зиму составляет 120 мм. Значительная часть осадков выпадает в виде дождей; снежный покров, если образуется, маломощный (10 - 15 см) и неустойчивый. Нередко бывают ледяные корки. Весна характеризуется медленным нарастанием температур, частыми похолоданиями в её начале. Лето, как правило, теплое, в июле – августе знойное с дневными температурами воздуха 24-40 °С [37].

Сумма осадков за лето составляет 140 мм, но большая их часть выпадает в виде ливней и, не успевая, просочиться стекает в понижения рельефа. Большинство ливней приходится на июнь-июль месяц. Иногда в июне вообще не выпадает дождей, часто налетают суховеи, в результате происходит запал растений, что в последствии приводит к снижению урожая.

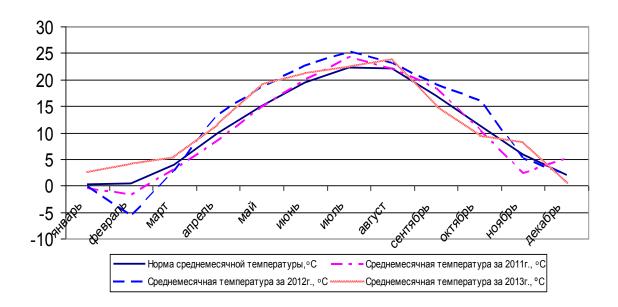


Рисунок 2.2 — График колебания температуры воздуха за 2011-2013 года На основании приведенных данных рисунка 2.2 видно, что самый жаркий месяц года — июль, средняя температура воздуха составила 24,1  $^{0}$ C за 2011 г. и 25,3  $^{0}$ C за 2012 г., а за 2013 г. — август, где температура составляла 23,9  $^{0}$ C. Самый холодный месяц — февраль, средняя температура воздуха составила — 1,7  $^{0}$ C за 2011 г. и — 5,7  $^{0}$ C за 2012 г. и январь — за 2013 г., где температура

составила + 2,0 °C.

Из данных представленных на рисунке 2.3 видно, что осадки выпадают главным образом летом. Наибольшее количество осадков выпало в июле 2013 г. – 110 мм, в июне в 2011 г. – 77 мм и в августе в 2012 г. – 62 мм. Норма среднемесячного количества осадков составляет 515 мм, а годовая испаряемость 821 мм. Таким образом, осадков выпадает немного больше половины того количества влаги, которое может испариться. Ход осадков и испаряемости показывает, что, начиная со второй половины марта и до середины ноября, осадков меньше, чем испаряемости, и около 260 дней в году продолжается засушливый период.

Из полученных данных видно, что в г. Симферополе за 2011 г.выпало 373 мм осадков, за 2012 г. – 348 мм, за 2013 г. – 390 мм при норме 515 мм.

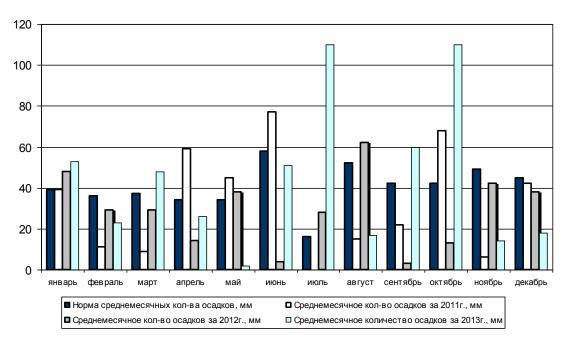


Рисунок 2.3 – Диаграмма количества осадков за 2011 - 2013 года

Одним ИЗ наиболее важных природных факторов, влияющим на деятельность сельскохозяйственного предприятия, является почвенный покров. Почва на экспериментальном участке – чернозем южный мицелярно-карбонатный развитый на красно-бурых глинах. Для черноземов южных мицелярно карбонатных характерна высокая миграционная способность особенно в верхней части почвенного профиля. Для почв характерна средняя плодородность [105].

Участок фенхеля обыкновенного был заложен 26 марта 2011 г., который составил 12 м<sup>2</sup>. Участок под фенхель очистили от сорняков. Сеяли фенхель ранней весной, ширина междурядий 45 см, норма высева семян из расчета 10 кг/га, глубина заделки семян 2-4 см. Агротехника выращивания фенхеля отвечала требованиям общепринятой технологии [41,132].

#### 2.4 Фенологические исследования фенхеля обыкновенного сорта Мэрцишор в условиях предгорной зоны Крыма

Был посеян фенхель обыкновенный сорта Мэрцишор. В первый год он зацвел в середине июля, плоды начали созревать в начале сентября. В течение

зимы надземная часть растения погибает, но корень следующей весной дает новые побеги. Если в первый год вегетационный период длился 137 дней, то в следующем году — 84 дня, на третий год — 118 дней. Результаты наблюдений фенологических фаз фенхеля за период проведения исследований представлены в таблице 2.1.

Таблица 2.1 — Сроки наступления фенологических фаз растений фенхеля в период вегетации в условиях юга Украины в 2011-2013 годах

Форту подружия по отогуу	C ** **** *** ***		
Фазы развития растений	Сроки наступло	-	-
	<u> </u>	нхеля обыкнов	енного
	2011 г.	2012 г.	2013 г.
Всходы:			
начало	16 мая	7 апреля	27 марта
полное	20 мая	17 апреля	10 апреля
Стеблеобразование:			
начало	1 июня	18 мая	24 мая
полное	1 июля	20 мая	30 мая
Цветение:			
начало	15 июля	12 июня	15 июня
полное	19 июля	20 июня	21 июня
конец	24 августа	25 июня	
Плодообразование:			
начало	1 сентября	1 июля	8 июля
полное	10 сентября	10 июля	13 июля
Созревание:			
начало	15 сентября	15 июля	16 июля
полное	1 октября	20 июля	22 июля
Общая продолжительность	~137	~84	~118
вегетации (дни)			

Фенологические наблюдения проводили глазомерно в течение всего вегетационного периода [81].

Отмечали следующие фазы развития растений:

• Всходы - при появлении над поверхностью почвы семядольных листочков. Начало появления всходов — не менее 10 % растений, полное — не менее 75 % растений от числа посеянных лунок. У двухлетнего и многолетнего растения фенхеля отмечается начало весеннего отрастания.

• Стеблеобразование - в момент, когда стебель имеет 2 - 3 см. Начало фазы — при наличии не менее 10 % растений, полное — при наличии не менее 75 % растений в этой фазе.



Рисунок 2.4 – Фенхель обыкновенный сорта Мэрцишор в фазу стеблеобразования

• Цветение. Цветущим считается фенхель, у которого на центральном зонтике цветки раскрыты. Начало цветения отмечается при наличии на участке не менее 10 % растений, полное — при наличии не менее 75 % растений с цветущими центральными зонтиками, конец цветения — при наличии на участке не более 10 % растений с цветущими зонтиками любого порядка.



Рисунок 2.5 – Фенхель обыкновенный сорта Мэрцишор в фазу полного цветения

• Плоодообразование у фенхеля характеризуется увеличением размера плодов. Одновременно с ростом плодов в них происходит накопление биологически активных веществ.



Рисунок 2.6 – Фенхель обыкновенный сорта Мэрцишор в фазу молочно-восковой зрелости плодов на центральном зонтике

• Созревание отмечается в момент побурения плодов на растении. За начало созревания принимается фаза, когда не менее 10 % растений фенхеля на центральных зонтиках имеет зрелые плоды, полное — при наличии зрелых плодов не менее чем у 75 % растений.

Урожай растений фенхеля обыкновенного учитывали со всего экспериментального участка, находящегося в ЮФ НУБ и П Украины «КАТУ», и пересчитывался на единицу площади посева, данные представлены в таблице 2.2.

Таблица 2.2 – Урожайность сырья фенхеля обыкновенного за 2011-2013 года

Фаза вегетации растения	Урожай сырья, ц/га				
	2011 г	2012 г	2013 г		
1	2	3	4		
Бутонизация центрального	15,2±2,0	17,5±1,7	17,9±0,5		
зонтика					
Цветение центрального зонтика	17,8±1,8	22,1±0,4	23,2±0,8		
Молочная зрелость плодов на	19,1±0,7	24,2±2,0	25,7±0,4		
центральном зонтике					

Продолж. табл. 2.2

1	2	3	4
Молочно-восковая зрелость	22,1±0,2	26,8±0,8	28,0±0,7
плодов на центральном зонтике			
Восковая зрелость плодов на	19,5±1,2	24,6±0,4	25,5±0,1
центральном зонтике			

Изученные методики оценки и проведенные исследования исследуемого материала и полученных продуктов фенхеля обыкновенного сорта Мэрцишор в условиях предгорной зоны Крыма позволили получить результаты, изложенные в главе 3.

#### РАЗДЕЛ 3. РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

### 3.1 Изучение физико-химических показателей качества сырья для производства эфирного масла фенхеля обыкновенного

Качество сырья фенхеля обыкновенного является одним из наиболее важных факторов, влияющих на качество конечного продукта. В связи с этим проводили изучение физико-химических показателей фракционного состава сырья фенхеля, динамики накопления биологически активных веществ, в том числе в разные фазы вегетации. Определяли фазу технической зрелости растений фенхеля для промышленной переработки целыми растениями и физико-химические показатели сырья в процессе его хранения.

#### 3.1.1 Технологические свойства сырья фенхеля обыкновенного

Сырье фенхеля обыкновенного, поступающего на переработку [116], представляет собой неравноценный материал по структуре, влажности, количественному и качественному распределению биологически активных веществ по органам растения, что затрудняет получение устойчивых данных при исследовании объекта.

Наиболее рациональным подходом в таком случае является создание модельного эквивалента сырья путем определения технологических свойств фенхеля обыкновенного. К технологическим свойствам фенхеля обыкновенного относят массу отдельных частей растения, их количество, влажность, содержание эфирного масла.

Определение технологических свойств растений фенхеля и его фракционный состав проводили в течение 3 - х лет, полученные данные представлены в таблице 3.1. Для этого из общей массы сырья без выбора брали десять растений, каждое из которых анализировали по следующим показателям: общая длина центрального стебля, масса, количество и влажность (зонтиков с

плодами, листьев, стеблей), массовую долю зонтиков, листьев и стеблей к общей массе, рассчитывали средние значения всех показателей. Целое растение фенхеля взвешивали, а затем делили на соответствующие части (зонтики с плодами, листья, стебли) и определяли характер каждой части в отдельности.

Исследования показали, что по всем показателям наблюдается значительное различие признаков, особенно таких, как количество зонтиков с плодами, цветоносных стеблей, количество листьев, фракционный состав и масса растения (коэффициент вариации больше 10 %).

Таблица 3.1 – Характеристика растений фенхеля обыкновенного сорта Мэрцишор и его фракционный состав за 2011-2013 гг.

Наименование	Среднее	Среднеариф-	Раз	мах	Коэффи-	Ошибка,
показателя	значение,	метическое	варьир	ования,	циент	m
	X <sub>cp</sub>	отклонение,	V	V	вариации,	
	-r	σ	min	max	CV, %	
1	2	3	4	5	6	7
Высота растения, см	176,5	13,6	152,2	203,7	113,0	4,31
Масса зонтиков с	68,4	2,9	51,6	78,9	24,2	0,84
плодами, г						
Масса листьев, г	31,3	1,7	37,07	45,3	14,5	0,49
Масса цветоносных	18,9	1,9	12,6	24,7	15,8	0,55
побегов, г						
Масса основного	124,2	4,3	112,3	138,2	35,8	1,24
стебля, г						
Количество	12	0,9	9	15	7,5	0,26
зонтиков с плодами,						
ШТ						
Количество листьев,	6	1,2	6	10	10,1	0,35
ШТ						
Количество	7	0,3	6	8	2,5	0,09
цветоносных						
побегов, шт						
Влажность зонтиков	76,0	0,75	72,0	78,5	6,3	0,21
с плодами, %						
Влажность листьев,	77,2	0,72	73,2	79,6	6,0	0,21
%						
Влажность	75,0	1,4	72,5	80,2	12,1	0,40
центрального						
стебля, %						

Продолж. табл. 3.1

1	2	3	4	5	6	7
Массовая доля	27,9	0,62	15,1	44,8	5,2	0,18
зонтиков с плодами,						
% к общей массе						
Массовая доля	24,8	1,6	16,6	27,8	13,1	0,46
листьев, % к общей						
массе						
Массовая доля	50,7	5,8	44,3	58,6	48,5	1,67
побегов, % к общей						
массе						

На основании полученных и расчетных данных предложен модельный образец растений фенхеля обыкновенного для нормально развитых растений фенхеля обыкновенного, характеристика которого представлена в таблице 3.2.

Таблица 3.2 – Характеристика модельного образца растений фенхеля обыкновенного сорта Мэрцишор

Наименование	Количество,	Влажность,	Macca,	Масса к	Насыпная
показателя	ШТ	%	Γ	общей	масса,
				массе, %	$\kappa\Gamma/M^2$
Зонтик с плодами	1	76,2	9,68	5,43	167,52
центральный					
Зонтики с плодами	5	76,6	40,83	22,94	150,16
первого порядка					
Зонтики с плодами	7	76,9	34,44	19,35	152,44
второго порядка					
Зонтики с плодами	12	77,0	12,30	6,91	147,61
остальные					
Листья с черешками	8	81,5	6,15	3,46	118,88
Цветоносный побег	25	73,8	38,74	21,76	105,32
Основной стебель	1	79,8	35,86	20,15	125,87

Разнообразность сырья заключается в строении растения, в котором распределение биологически активных веществ неодинаковое и отличается как качественно, так и количественно. В табл. 3.3 представлено распределение целевых продуктов в модельном образце сырья фенхеля обыкновенного сорта Мэрцишор. Из данной таблицы видно, что наиболее продуктивными частями

образца растения являются зонтики с плодами, которые содержат: 72,02 % эфирного масла, 70,33 % конкрета, 83,87 % абсолю и 63,16 % воска от его общего количества в модельном образце.

Таблица 3.3 — Распределение извлекаемых веществ в модельном образце сырья фенхеля обыкновенного сорта Мэрцишор

Органы			]	Массовая	я доля, %			
растения	Эфирного		Конкрета		Абс	олю	Восков	
	масла							
	на к оби		на	к общ.	на	к общ.	на	к общ.
	сырую	кол-ву	сырую	кол-ву	сырую	кол-ву	сырую	кол-ву
	массу		массу		массу		массу	
Зонтики с	1,21	72,02	0,64	70,33	0,52	83,87	0,12	63,16
плодами								
Листья	0,24	14,29	0,15	16,48	0,08	12,90	0,04	21,05
Стебли	0,23	13,69	0,12	13,19	0,02	3,23	0,03	15,79
Модельный	1,68	100,0	0,91	100,0	0,62	100,0	0,19	100
образец								

Количество эфирного масла и конкрета в листьях и стеблях практически одинаковое, по массовой доле эфирного масла фенхеля на сырую массу 0,24 %, 0,23 %, что соответствует 14,29 % и 13,69 % к общему количеству модельного образца, по конкрету 0,15 % и 0,12 %, который соответствует 16,48 % и 13,19 % к общей массе образца. Массовая доля абсолю в стеблях минимальная и составляет 3,23 %, в листьях —12,90 %. Распределение воска между листьями и стеблями неравномерное, в листьях — 21,05 %, а в стеблях — 15,79 % к общему количеству образца.

## 3.1.2. Динамика накопления эфирного масла и определение технической зрелости сырья фенхеля обыкновенного сорта Мэрцишор

Основной задачей исследований является изучение динамики накопления и распределение эфирного масла в растениях фенхеля в условиях предгорной зоны Крыма и определение оптимального срока уборки. Исследования проводились в

течение трех лет (2011-2013 гг.) в научной лаборатории качества сырья и продуктов переработки в Институте сельского хозяйства Крыма (г. Симферополь).

Для решения задачи комплексного использования сырья фенхеля обыкновенного, выбора эффективной технологии переработки и разработки технической документации, полученных натуральных продуктов, безусловно, требуются знания химического состава сырья фенхеля. В частности, влияние фаз онтогенеза на качество сырья и выхода продуктов, природно-климатических условий, технологических факторов, которые играют важную роль и без этого не может быть и речи о создании комплексной технологии.

В литературе нет конкретных данных по химическому составу сырья фенхеля обыкновенного, а сорт Мэрцишор — это новый сорт и ранее практически не изучался, поэтому наши исследования были направлены на изучение химического состава фенхеля обыкновенного сорта Мэрцишор и определение технической зрелости растений для промышленной переработки.

Содержание эфирных масел определяли из целых растений фенхеля обыкновенного в течение всего вегетационного периода. Количественная оценка в пересчете на единицу сухую и сырую массы представлена в таблице 3.4.

Таблица 3.4 – Динамика влажности и содержания эфирного масла в целых растениях фенхеля обыкновенного сорта Мэрцишор по фазам вегетации за 2011-2013 годы

Фаза развития растения	Вл	ажность,	<b>%</b>		Массон	оирного ма	асла, %		
	2011	2012	2013	20	11	20	12	2013	
				на сыр. м.	на сух. м.	на сыр. м.	на сух. м.	на сыр. м.	на сух. м.
Бутонизация	77,0±0,8	80,0±0,9	80,6±0,5	$0,03\pm0,01$	$0,21\pm0,01$	$0,17\pm0,02$	$0,85\pm0,03$	0,21±0,01	1,08±0,02
Начало цветения центральных зонтиков	73,0±0,9	80,0±0,8	80,5±0,6	0,15±0,01	0,65±0,02	0,24±0,01	1,21±0,03	0,26±0,02	1,33±0,01
Конец цветения центральных зонтиков	71,5±0,8	78,1±0,7	78,2±0,5	0,20±0,02	0,70±0,01	0,58±0,01	2,65±0,01	0,60±0,02	2,75±0,01
Начало образования плодов на центральном зонтике	69,0±0,8	77,8±0,8	77,3±0,9	0,38±0,01	1,24±0,02	0,63±0,01	2,79±0,01	0,65±0,01	2,86±0,02
Молочная зрелость плодов на центральном зонтике	67,5±0,9	75,7±0,9	76,0±0,4	0,58±0,01	1,78±0,03	0,86±0,03	3,54±0,02	0,89±0,01	3,71±0,01
Молочно-восковая зрелость плодов на центральном зонтике	66,8±0,6	77,4±0,8	77,2±0,8	0,61±0,02	1,84±,001	0,87±0,02	3,85±0,01	0,91±0,03	3,99±0,01
Восковая зрелость плодов на центральном зонтике	65,2±0,5	73,5±0,6	74,0±0,8	0,56±0,01	1,61±0,02	0,84±0,04	3,17±0,01	0,82±0,01	3,16±0,02
Полная зрелость плодов на центральном зонтике	63,7±0,7	71,4±0,4	71,9±0,9	0,44±0,02	1,21±0,01	0,83±0,01	2,91±0,01	0,80±0,02	2,85±0,01

#### Примечания:

- 1. На сыр. м.- на сырую массу (объемно-весовая);
- 2. На сух. м.- на сухую массу.

На основании проведенных исследований установлено, что в фазу бутонизации характерно минимальное содержание эфирного масла (табл. 3.4), а максимальное в фазу молочно-восковой зрелости плодов на центральном зонтике. Таким образом, фазой технической зрелости, т.е периодом максимального накопления эфирного масла является фаза молочно-восковой зрелости плодов на центральном зонтике. На основании полученных данных для промышленной переработки целыми растениями, с практической точки зрения, целесообразно использовать надземную часть растений фенхеля, срезанную в фазу молочно-восковой зрелости плодов на центральном зонтике.

Эфирное масло из целых растений фенхеля представляло собой бесцветную или слегка желтоватую жидкость с характерным запахом фенхеля, сладковатым вкусом с горьковатым привкусом. Относительная плотность составила от 0,950 до 0,963, показатель преломления от 1,5300 до 1,5350 при температуре 20 °C. Хроматограмма эфирного масла фенхеля из целых растений в фазу молочновосковой зрелости плодов на центральном зонтике представлена на рисунке 3.1.

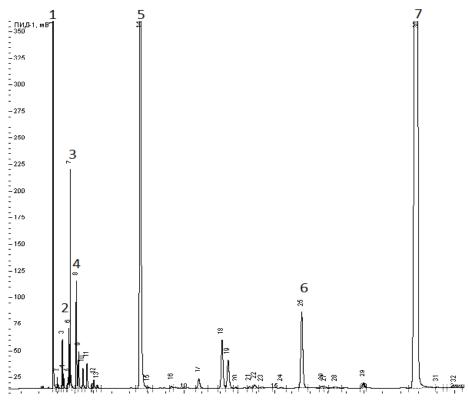


Рисунок 3.1 – Хроматограмма эфирного масла фенхеля из целых растений: 1 - α-пинен, 2 - β-фелландрен, 3 - линалоол, 4 - 1,8-цинеол, 5 - фенхон, 6 - метилхавикол, 7 - анетол.

В составе летучих компонентов было выявлено от 24 до 32 компонентов эфирного масла фенхеля, из них идентифицировано от 15 до 17 веществ, на которые приходится около 90 % от общей суммы и основные из них: анетол, фенхон, α-пинен, β-фелландрен, метилхавикол, 1, 8-цинеол, линалоол.

По результатам исследования выявлено, что компонентный состав эфирного масла фенхеля количественно и качественно изменяется в зависимости от фазы вегетации растений. В таблице 3.5 представлен компонентный состав эфирного масла фенхеля обыкновенного сорта Мэрцишор из целых растений за 2011-2013 гг.

Таблица 3.5 – Компонентный состав эфирного масла фенхеля обыкновенного сорта Мэрцишор по фазам вегетации

Название	Mac	ссовая доля н	компонентов	з эфирного ма	сла, %	
компонента			Фазы вегета	ции		
	Бутони-	Цветение	Молочная	Молочно-	Полная	
	зация	централь-	зрелость	восковая	зрелость	
		ных	плодов на	зрелость	плодов на	
		зонтиков	централь-	плодов на	централь-	
			НОМ	централь-	ном зонтике	
			зонтике	ном зонтике		
α-пинен	$3,17\pm0,03$	9,24±0,6	8,20±0,04	$7,41\pm0,05$	$6,44\pm0,03$	
Камфен	$0,04\pm0,01$	$0,02\pm0,01$	$0,04\pm0,02$	$0,05\pm0,01$	$0,10\pm0,02$	
Сабинен	$0,17\pm0,02$	$0,35\pm0,01$	$0,38\pm0,02$	$0,59\pm0,03$	$0,22\pm0,01$	
β-пинен	$0,11\pm0,01$	$0,92\pm0,01$	$0,94\pm0,01$	$0,72\pm0,01$	$0,17\pm0,04$	
β-фелландрен	$7,17\pm0,05$	$1,30\pm0,01$	$2,42\pm0,01$	$4,27\pm0,03$	$0,96\pm0,02$	
Лимонен	$0,17\pm0,06$	$0,95\pm0,04$	$0,65\pm0,08$	$0,\!48\pm0,\!04$	$0,37\pm0,02$	
ү-терпинен	$0,42\pm0,02$	$1,04\pm0,05$	$1,49\pm0,03$	0,00	$0,03\pm0,01$	
1,8-цинеол	$1,23\pm0,08$	$1,33\pm0,02$	1,06±0,01	$0,91\pm0,01$	1,37±0,01	
Пара-цимен	$0,07\pm0,01$	$0,12\pm0,03$	$0,34\pm0,02$	$0,12\pm0,03$	$0,15\pm0,01$	
Фенхон	4,84±0,01	$2,84\pm0,02$	$2,99\pm0,02$	4,94±0,03	10,09±0,05	
Линалоол	$0,05\pm0,02$	$0,05\pm0,01$	$0,09\pm0,01$	$0,11\pm0,01$	1,43±0,01	
Метилхавикол	2,49±0,01	2,36±0,01	2,41±0,03	2,83±0,01	2,73±0,02	
Анетол	67,32±0,8	68,12±0,6	68,52±0,8	69,60±0,05	63,91±0,03	
Анисовая	$0,40\pm0,02$	$0,11\pm0,01$	0,01±0,01	$0,01\pm0,01$	0,00	
кислота						
Анисовый	1,28±0,01	$0,26\pm0,03$	0,05±0,03	0,02±0,01	0,01±0,01	
альдегид						

По данным таблицы 3.5 видно, что в эфирном масле фенхеля из целых растений преобладают ароматические соединения (66,8-72,6 %), на долю бициклических монотерпенов приходится от 9,2 до 16,8 %, моноциклических терпенов — от 3,1 % до 9,2 % в зависимости от фазы вегетации.

Ценность эфирного масла фенхеля определяется содержанием главного компонента — анетола. Максимальное количество анетола, ароматического соединения, отмечено в фазу молочно-восковой зрелости плодов на центральном зонтике и составляет 69,6 %. Вторым важным компонентом является фенхон, именно он обуславливает горький вкус масла, а терпены, в частности β-фелландрен, придает маслу специфический запах фенхеля и жгучий горький вкус дикого фенхеля, поэтому его содержание не должно превышать более 5 %.

Известно, что распределение эфирного масла фенхеля в растении происходит не равномерно, поэтому провели ряд исследований по количественному определению массовой доли эфирного масла фенхеля в зонтиках с плодами, в листьях, в стеблях в разные фазы вегетации, за контроль брали количество эфирного масла из целого растения.

Как показали исследования, табл. 3.6, наибольшее количество эфирного масла фенхеля содержится в зонтиках с плодами и изменяется, начиная с фазы бутонизации от 3,54 % и до фазы молочно-восковой зрелости плодов на центральном зонтике — 5,3 %. В фазу полной зрелости плодов происходит снижение массовой доли эфирного масла на 9,8 %.

Содержание эфирного масла в листьях во всех фазах определения изменяется от 0.78 % до 1.31 % на сухую массу, что соответствует 40.5 % от общей суммы, а самое минимальное его количество отмечено в фазу полной зрелости плодов на центральном зонтике (0.6 %), т.е. уменьшается на 54.2 %.

Установлено, что в стеблях, также содержится эфирное масло и соответствует от 0,44 % в фазу бутонизации, и до 0,88 % в фазу молочновосковой зрелости плодов на центральном зонтике, на сухую массу.

Таблица 3.6 – Содержание эфирного масла фенхеля обыкновенного сорта Мэрцишор по органам растения и по фазам вегетации (среднее за 2012-2013 гг.)

Фазы вегетации			Macc	совая доля э	рирного мас	ла, %		
	целое р	астение	30H	тики	лис	СТЬЯ	стебли	
	на сыр. м.	на сух м.						
Бутонизация	$0,17\pm0,01$	$0,46\pm0,02$	$0,78\pm0,01$	$3,54\pm0,02$	$0,17\pm0,01$	$0,78\pm0,01$	$0,1\pm0,01$	$0,44\pm0,01$
центрального зонтика								
Влажность, %	80,0	±0,6	84,3	8±0,2	85,0	$\pm 0,5$	78,0	±0,6
Цветение центрального	$0,24\pm0,01$	$1,21\pm0,02$	$0,78\pm0,01$	$3,87\pm0,03$	$0,19\pm0,01$	$1,21\pm0,02$	$0,11\pm0,01$	$0,54\pm0,02$
зонтика								
Влажность, %	80,0±0,5		80,0±0,6		84,0±0,4		79,7±0,5	
Молочная зрелость	$0,78\pm0,01$	$3,45\pm0,03$	$1,02\pm0,02$	$4,43\pm0,03$	$0,21\pm0,01$	$1,19\pm0,01$	$0,18\pm0,01$	$0,80\pm0,01$
плодов на центральном								
зонтике								
Влажность, %	77,4	±0,2	$77,0\pm0,4$		$82,4\pm0,3$		$77,5\pm0,4$	
Молочно-восковая	$0,87\pm0,02$	$3,78\pm0,04$	$1,23\pm0,02$	$5,3\pm0,03$	$0,24\pm0,02$	$1,31\pm0,04$	$0,23\pm0,01$	$0,88\pm0,01$
зрелость плодов на								
центральном зонтике								
Влажность, %	77,0	)±0,5	76,8	3±0,3	81,5	$5\pm0,3$	73,8	8±0,5
Полная зрелость	$0,73\pm0,02$	$2,76\pm0,02$	$1,45\pm0,01$	$4,78\pm0,02$	$0,17\pm0,01$	$0,6\pm0,01$	$0,14\pm0,01$	$0,49\pm0,01$
плодов на центральном								
зонтике								
Влажность, %	73,5	±0,02	69,6±0,03		78,0±0,02		71,5±0,02	

#### Примечания:

- 1. На сыр. м.- на сырую массу (объемно-весовая);
- 2. На сух. м.- на сухую массу.

Таблица 3.7 – Компонентный состав эфирного масла фенхеля обыкновенного по органам растения и по фазам вегетации

Название					Mac	совая д	оля ком	понент	ов эфир	ного ма	сла, %					
компонентов				Фазы	вегетаці	ии расте	ния фе	нхеля о	быкнове	енного с	сорта М	эрцишо	p			
	Бу	тониза	ция	Нача	ало цвет	гения	Моло	чная зр	елость	Молочно-восковая			По.	Полная зрелость		
				центральных		Ι	ілодов і	на	зрело	сть пло	дов на		плодов на			
					зонтико	В	центра	льном з	вонтике	центра	альном з	вонтике	центр	альном	зонтике	
	зонтики	листья	стебли	зонтики	листья	стебли	ЗОНТИКИ	листья	стебли	зонтики	листья	стебли	ЗОНТИКИ	листья	стебли	
α-пинен	2,56±0,02	5,25±0,03	2,05±0,01	7,20±0,03	10,19±0,0 6	4,15±0,01	4,00±0,02	10,00±0,1	3,53±0,02	3,65±0,02	9,42±0,05	2,54±0,01	4,22±0,03	10,68±0,0 4	5,44±0,02	
Камфен	0,05±0,01	0,05±0,01	0,02±0,01	0,01±0,01	0,01±0,01	0,01±0,01	0,04±0,01	0,09±0,01	0,01±0,02	0,05±0,01	0,01±0,01	0,01±0,01	0,05±0,02	0,03±0,01	0,01±0,01	
Сабинен	0,25±0,03	0,44±0,01	0,22±0,02	0,27±0,02	0,32±0,01	0,17±0,01	0,22±0,02	0,23±0,01	0,14±0,01	0,19±0,02	0,26±0,02	0,14±0,01	0,39±0,01	0,62±0,02	0,52±0,05	
β-пинен	0,13±0,01	0,12±0,01	0,06±0,01	0,78±0,01	1,31±0,01	0,58±0,02	0,57±0,04	1,27±0,01	0,50±0,01	0,40±0,03	1,23±0,01	0,31±0,02	0,16±0,01	0,34±0,01	0,16±0,02	
β-мирцен	0,60±0,02	3,10±0,02	2,39±0,01	0,03±0,01	2,14±0,02	0,03±0,01	0,49±0,01	1,90±0,01	0,12±0,01	0,60±0,02	1,47±0,02	0,65±0,03	0,11±0,01	0,70±0,03	0,54±0,01	
β-фелландрен	8,48±0,01	1,67±0,02	0,12±0,01	0,11±0,01	1,87±0,02	0,91±0,02	1,50±0,02	3,63±0,02	1,30±0,01	2,65±0,01	5,98±0,03	2,87±0,02	2,40±0,01	2,56±0,05	3,18±0,03	
1,8-цинеол	$0,80\pm0,01$	0,59±0,01	0,62±0,02	1,33±0,02	1,71±0,02	0,98±0,01	0,97±0,01	1,32±0,01	0,94±0,02	0,32±0,01	$0,88\pm0,01$	0,95±0,06	1,30±0,02	1,25±0,01	1,04±0,02	
Лимонен	1,36±0,03	2,94±0,03	0,71±0,02	2,03±0,02	$0,88\pm0,01$	1,45±0,03	1,10±0,03	$0,80\pm0,01$	1,30±0,02	$0,74\pm0,01$	0,59±0,01	$0,90\pm0,02$	0,52±0,01	0,42±0,01	0,38±0,01	
Фенхон	5,48±0,02	2,88±0,01	3,14±0,01	14,64±0,5	6,82±0,05	6,50±0,01	3,76±0,01	3,74±0,02	4,73±0,01	7,17±0,02	2,13±0,01	1,68±0,02	14,21±0,1	2,98±0,01	8,17±0,02	
Линалоол	0,08±0,01	0,05±0,01	0,05±0,01	0,05±0,01	0,05±0,01	$0,07\pm0,01$	$0,04\pm0,01$	$0,10\pm0,02$	$0,10\pm0,01$	0,02±0,01	0,09±0,01	$0,08\pm0,02$	$0,06\pm0,01$	0,02±0,01	0,03±0,01	
Метилхавикол									2,48±0,03						2,56±0,01	
Анетол	72,62±0,0 5	59,75±0,0 3	77,24±0,0 5	73,48±0,0 2	60,64±0,0 1	71,49±0,0 6	80,12±0,5	66,77±0,0 4	75,72±0,2	80,23±0,0 5	63,80±0,0 3	73,06±0,0 2	77,99±0,0 4	63,10±0,0 1	73,93±0,03	
Анисовый альдегид	0,05±0,01	0,29±0,03	0,67±0,01	0,01±0,01	0,12±0,02	0,03±0,01	0,01±0,01	0,01±0,02	0,18±0,01	0,01±0,01	0,07±0,01	0,03±0,02	0,03±0,01	0,03±0,01	0,04±0,01	
Анисовая к-та	$0,03\pm0,01$	$0,09\pm0,01$	0,32±0,01	0,05±0,01	$0,04\pm0,01$	$0,19\pm0,01$	$0,04\pm0,01$	$0,03\pm0,02$	$0,18\pm0,01$	$0,04\pm0,01$	0,03±0,01	$0,03\pm0,01$	$0,03\pm0,02$	0,02±0,01	0,03±0,01	

По данным результатам исследований видно, что эфирные масла из зонтиков, листьев, стеблей имеют одинаковый компонентный состав, но количественное содержание их варьирует. В таблице 3.7 представлен компонентный состав эфирного масла фенхеля обыкновенного сорта Мэрцишор по органам растений и по фазам вегетации за 2012 - 2013 гг.

Из таблицы видно, что массовая доля компонентов колеблется в широких пределах, поэтому мы выделили три основных компонента количественно значимых (анетол, фенхон, β-фелландрен), по которым будем вести оценку качественных изменений эфирного масла.

В эфирных маслах фенхеля из зонтиков с плодами, листьев и стеблей преобладают ароматические соединения, как и из целых растений. Количество анетола, основного компонента эфирного масла изменяется в зависимости от органа растения и фазы вегетации. Так отмечено 80,0 % анетола в зонтиках с плодами в фазу молочной и молочно-восковой зрелости плодов на центральном зонтике, содержание анетола варьирует от 63,8 % до 66,8 % в эфирном масле из листьев, а из стеблей — от 71,5 % до 75,7 % от общей суммы.

Содержание фенхона в эфирном масле из зонтиков с плодами наивысшее и колеблется от 3,8 % до 14,6 % в зависимости от периода вегетации. Максимальное его количество отмечено в фазу начала цветения и минимальное в фазу молочной зрелости плодов. В эфирном масле из листьев количество фенхона изменяется от 2,13 % в фазу молочно-восковой зрелости до 6,82 % в фазу начала цветения центральных зонтиков, из стеблей — от 1,68 % в фазу молочно-восковой зрелости до 8,17 в фазу полной зрелости плодов.

Массовая доля β-фелландрена тоже влияет на качество эфирного масла. Максимальное его количество было отмечено в зонтиках с плодами (8,48 %) в фазу бутонизации и минимальное (0,11 %) в фазу цветения. В эфирном масле из листьев — наивысшее его количество (5,98 %) отмечено в фазу молочно-восковой зрелости плодов на центральном зонтике и наименьшее 1,67 % с фазы бутонизации до начала цветения. В масле из стеблей — наибольшее количество β-фелландрена зафиксировано (3,18 %) в фазу полной зрелости плодов на

центральном зонтике и наименьшее 0,12 % в фазу бутонизации. Этим и объясняется качество эфирных масел из разных частей фенхеля и их физико-химические показатели.

Исходя из проведенных исследований, рекомендуем проводить уборку фенхеля обыкновенного сорта Мэрцишор в период молочно-восковой зрелости плодов на центральном зонтике, что свидетельствует о концентрации значимых компонентов, т.е. анетола наивысшее, а фенхона и β-фелландрена наименьшее.

### 3.1.3 Определение промышленной части растений фенхеля обыкновенного сорта Мэрцишор

На количество эфирного масла и других ценных веществ, влияет фракционный состав промышленного сырья, который обусловлен высотой среза при уборке и составом различных морфологических органов, отличающих по количественному и качественному составу полученных продуктов [68].

Для извлечения максимального количества эфирного масла из растений фенхеля необходимо, чтобы промышленная часть сырья состояла, в основном, из наиболее продуктивных частей растения (зонтики с плодами, листья и цветочные стебли) с минимальной долей центрального стебля, т.к. именно он содержит следы эфирного масла, что уменьшает содержание эфирного масла в сырье. Поэтому необходимо свести к минимальному количеству основного стебля в сырье за счет определения высоты среза растения, при этом не потерять маслосодержащие органы растения.

Для этого определяли оптимальную высоту среза растений фенхеля обыкновенного путем сравнения содержания количества эфирного масла в семи образцах сырья убранного в фазу молочно-восковой зрелости плодов на центральном зонтике.

Образцы сырья представлены целыми растениями фенхеля срезанные на высоте 10, 20, 30, 35, 40, 45 и 50 см от поверхности почвы. С увеличением высоты среза увеличивается массовая доля зонтиков с плодами и листьев, а стеблей

уменьшается, следовательно, приводит к увеличению доли маслосодержащих органов, соответственно и выход эфирного масла увеличивается с каждым последующим увеличением высоты среза растения (табл. 3.8).

Таблица 3.8 – Фракционный состав сырья фенхеля обыкновенного сорта Мэрцишор в зависимости от высоты среза растения

Высота	Влажность,	Фракцион	рья, %	Массовая	
среза,	%	зонтики с	листья	стебли	доля образца в
СМ		плодами	плодами		целом
					растении, %
10	66,4±0,5	41,90±0,3	15,50±0,4	42,60±0,2	98,84±0,3
20	66,8±0,5	$42,40\pm0,4$	15,68±0,4	41,92±0,2	97,68±0,3
30	67,1±0,6	$42,90\pm0,5$	$15,87\pm0,5$	41,21±0,1	96,52±0,4
35	67,2±0,4	$43,17\pm0,5$	15,96±0,3	40,87±0,4	95,95±0,4
40	67,5±0,5	$43,43\pm0,5$	16,06±0,5	40,51±0,2	95,38±0,4
45	67,7±0,7	$43,69\pm0,2$	16,16±0,4	40,15±0,1	94,80±0,3
50	67,7±0,2	44,06±0,3	16,30±0,1	39,64±0,1	93,99±0,1

При изучении изменения содержания эфирного масла в зависимости от высоты среза сырья, установлено, что происходит увеличение фракционного состава зонтиков с плодами и листьев и уменьшение стеблей, следовательно, повышается выход эфирного масла на 0,48 % по сравнению с образцом 1 (табл. 3.9).

Таблица 3.9 – Содержание эфирного масла в сырье фенхеля обыкновенного сорта Мэрцишор в зависимости от высоты среза растения

Высота	Массовая доля эфирного масла, % (на сухую массу)				
среза, см	зонтики с	листья	стебли	образец	
	плодами				
10	5,04±0,01	1,25±0,01	0,91±0,01	3,30±0,02	
20	5,10±0,01	1,26±0,01	$0,92\pm0,01$	3,41±0,02	
30	5,16±0,01	1,27±0,01	$0,93\pm0,01$	3,55±0,01	
35	5,19±0,02	1,28±0,01	$0,92\pm0,01$	3,58±0,01	
40	5,21±0,01	1,29±0,01	$0,93\pm0,02$	3,60±0,01	
45	5,22±0,01	1,30±0,01	$0,93\pm0,01$	3,63±0,01	
50	5,30±0,01	1,31±0,02	0,93±0,02	3,78±0,02	

Эта величина соответствует приросту эфирного масла при высоте среза растения на уровне зеленного листа, который составил 50 см от поверхности почвы. Доля маслосодержащих органов уменьшается в образцах 1 - 6 соответственно на 4,85; 4,02; 2,53; 1,96; 1,72; 1,14 %. При этом эфирное масло фенхеля каждого последующего образца возрастает относительно предыдущего на 0,48; 0,37; 0,23; 0,20; 0,18; 0,15 %.

Изменение массовой доли эфирного масла в зависимости от высоты среза растений описано логарифмической функцией и представлено в виде графического изображения на рис. 3.2.

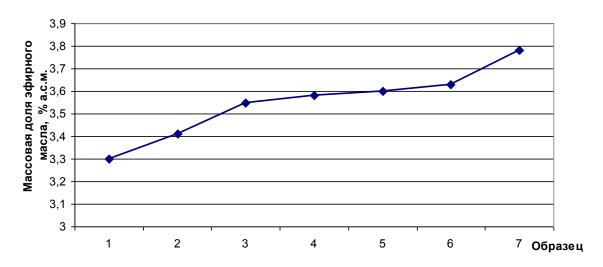


Рисунок 3.2 – Изменение массовой доли эфирного масла в сырье в зависимости от высоты среза растений

Логарифмическая функция изменения массовой доли эфирного масла от высоты среза (x):

$$Y = 0.22\ln(x) + 3.28\tag{3.1}$$

величина достоверности аппроксимации R = 0.93.

Для обоснования высоты среза растений (промышленной части сырья) оценивали не только количественный состав, но и качественный. Для этого определили компонентный состав эфирного масла фенхеля обыкновенного каждого образца. Полученные результаты представлены в табл. 3.10.

Таблица 3.10 – Компонентный состав эфирного масла в сырье фенхеля обыкновенного сорта Мэрцишор в зависимости от высоты среза растения

Высота	Основные компоненты эфирного масла, %				
среза,	α-пинен	α-пинен β-фелландрен		Метилхавикол	Анетол
CM					
10	6,51±0,02	$4,46\pm0,02$	4,27±0,01	$2,89\pm0,01$	75,99±0,5
20	7,01±0,01	4,46±0,03	4,19±0,03	$2,89\pm0,02$	75,99±0,4
30	$7,11\pm0,01$	4,48±0,03	4,22±0,01	$2,89\pm0,03$	75,99±0,3
35	$7,20\pm0,02$	4,48±0,02	4,36±0,02	$2,89\pm0,01$	76,02±0,5
40	$7,21\pm0,02$	$4,48\pm0,01$	4,63±0,01	$2,90\pm0,01$	76,02±0,5
45	$7,28\pm0,01$	4,57±0,01	4,65±0,02	$2,89\pm0,01$	76,13±0,4
50	$7,29\pm0,01$	4,57±0,02	4,66±0,01	$2,90\pm0,02$	76,13±0,1

Полученные данные, свидетельствуют о том, что не наблюдается значительного различия компонентного состава. Анетол — основной компонент эфирного масла фенхеля увеличивается на  $0,14\pm0,1~\%$  по сравнению с первым образцом.

Таким образом, с увеличением высоты среза растения можно повысить выход эфирного масла, не ухудшая его качество, следовательно, промышленной частью для получения эфирного масла фенхеля обыкновенного, целесообразно считать часть целого растения срезанного на высоте 50 см от поверхности почвы, т.е. уровня зеленного листа.

#### 3.1.4 Хранение фенхеля обыкновенного

Уборка сырья фенхеля в фазу молочно-восковой зрелости плодов на центральном зонтике совпадает с переработкой других эфиромасличных культур, в связи с этим, нами были проведены исследования по установлению возможности хранения фенхеля.

Для этого изучали влияния продолжительности хранения фенхеля обыкновенного сорта Мэрцишор на количество и качество эфирного масла. Сырье фенхеля обыкновенного, убранное в фазу молочно-восковой зрелости плодов на центральном зонтике, высушивали на стеллажах в проветриваемом помещении при

температуре окружающей среды и относительной влажности 30 % до влажности сырья 10 - 13 % и хранили в соответствии с требованиями ГФ XI [ 33].

Установление максимально возможных сроков хранения фенхеля представляет важную задачу в практическом отношении, в частности во избежание компонентов эфирного масла. Полученные потерь легколетучих данные представлены в таблице 3.11, из которых видно, что максимальные потери эфирного масла фенхеля происходят в первый месяц хранения, а затем происходит медленное увеличение этих потерь.

Кроме того, при сушке растений фенхеля обыкновенного до воздушносухого состояния, листья легко отделяются от стеблей, что в производственных условиях приведет к уменьшению выхода ценных компонентов за счет безвозвратных потерь сырья при транспортировке в цех переработки.

Таблица 3.11 — Влияние продолжительности хранения сырья фенхеля обыкновенного сорта Мэрцишор на содержание эфирного масла

Продолжительность	Массовая доля эфирного	Потери эфирного	
хранения,	масла, %	масла, %	
mec.			
Исходное	2,15	0	
1	1,72	20,00	
2	1,69	21,39	
3	1,61	25,12	
6	1,54	28,37	
12	1,51	29,77	

В первый месяц хранения сырья фенхеля наблюдается значительное снижение (на 20 %) содержания эфирного масла по сравнению с исходным за счет уменьшения легколетучих компонентов, а в последующие месяцы хранения потери содержания масла минимальные. Количественное и качественное изменение компонентов эфирного масла в процессе хранения сырья, представлены в таблице 3.12.

Таблица 3.12 – Изменение компонентного состав эфирного масла фенхеля в зависимости от продолжительности хранения

Название	Массовая доля, %			
компонента				
	Исходное	1 мес.	6 мес.	12 мес.
α-пинен	15,32	15,10	15,02	14,99
Камфен	0,12	0,14	0,14	0,15
β-пинен	1,42	1,42	1,42	1,42
β-фелландрен	0,89	1,48	1,51	1,52
1,8-цинеол	1,47	0,91	0,83	0,81
Фенхон	6,44	6,74	6,83	6,87
Линалоол	0,18	0,08	0,06	0,05
Метилхавикол	2,32	2,41	2,43	2,43
Анетол	67,04	55,27	54,99	54,53
Анисовый альдегид	0,20	2,45	2,57	2,60
Анисовая кислота	0,11	1,14	1,21	1,27

В процессе хранения растительного сырья изменяются физико-химические показатели качества эфирного масла. Наибольший интерес представляет изменение содержания основного компонента эфирного масла фенхеля — анетола. Как показали результаты исследований, количество анетола уменьшается по мере продолжительного хранения образцов сырья фенхеля. Если в исходном сырье его содержание составляло 67,04 %, то через месяц оно уменьшается на 17,56 %, через 6 месяцев на 17,98 % и через год 18,66 %.

В общей динамике количественных изменений компонентов эфирного масла фенхеля в процессе хранения сырья, можно отметить некоторые закономерности, такие как уменьшение количества ароматических соединений, за счет автоокисления анетола с образованием анисового альдегида (увеличивается в 13 раз), который также окисляется с образованием анисовой кислоты (увеличивается в 11,5 раз). Массовая доля фенхона и β-фелландрена изменяется не значительно.

Изменения эфирных масел фенхеля, полученных из свежеубранного и воздушно-сухого сырья, обусловлено биохимическими, физиологическими и химическими процессами. Во-первых, при уборке растений фенхеля нарушаются процессы биосинтеза, которые сразу не прекращаются, а изменяются и

прекращаются при высушивании. Во-вторых, многие компоненты эфирного масла фенхеля подвержены химическим превращениям, таким как окисление.

Таким образом, проведенные исследования показали, что хранение фенхеля в течение одного месяца приводит к значительному снижению количества и качества эфирного масла. Поэтому сырье фенхеля целесообразно перерабатывать в свежеубранном состоянии с целью получения эфирного масла.

### 3.2 Влияние способа переработки сырья фенхеля обыкновенного на количество и качество извлекаемых продуктов

Режимы и параметры технологического процесса в значительной степени влияют на количество и качество извлекаемых продуктов. В связи с этим проводили изучение влияния режимов и параметров технологического процесса на качество и количество получаемого эфирного масла фенхеля, конкрета и абсолю.

# 3.2.1 Технологическая оценка способов переработки сырья фенхеля обыкновенного сорта Мэрцишор

Исследование технологических свойств сырья (гл. 3.1.) показало, что из фенхеля обыкновенного сорта Мэрцишор могут быть выделены различные биологически активные компоненты.

Извлечение эфирного масла, конкрета, абсолю из свежеубранного сырья фенхеля проводили на лабораторном оборудовании, максимально имитирующие производственные процессы. В качестве сырья использовали модельный образец промышленного сырья фенхеля обыкновенного. При этом определяли степень извлечения целевых продуктов ( $\varepsilon$ ) и рассчитывали технологический критерий эффективности (E), введенный Эйдельманом М.П. [127] по формуле (3.2). Полученные результаты представлены в таблице 3.13.

$$E = \frac{e \cdot \varepsilon \cdot \ln \left[ (e-1) \cdot \frac{f}{f_{optim}} + 1 \right]}{\left[ (e-1) \cdot \frac{f}{f_{optim}} + 1 \right]}$$
(3.2)

где  $\mathcal{E}$  - степень извлечения целевого продукта;

е - рациональное число, равное 2,71;

f,  $f_{optim}$  -фактор качества эфирного масла (конкрета, абсолю), содержащегося в растении (оптимальный) и извлекаемого в опыте, представляет отношение содержания суммы компонентов (определяющих) ко всем остальным.

Таблица 3.13 – Показатели технологической оценки способов переработки фенхеля обыкновенного

Способ	Полученный	Показатели			
переработки	продукт	Степень	Массовая доля	Фактор	Техноло-
		извлечения	определяющего	качества	гический
		целевого	компонента, %	$\begin{pmatrix} f \end{pmatrix}$	критерий
		продукта		$\left  \frac{J}{f} \right $	эффектив
		$(\varepsilon,\%)$		$\left(f_{\mathit{optim}} ight)$	ности
					(E)
Дистилляция	Эфирное	95,5	69,6	0,93	94,92
	масло				
Экстракция	Конкрет	88,7	86,9	0,90	88,21
	Абсолю	90,2	62,0	0,88	89,61

По результатам данных, представленных в табл. 3.13 следует, что при дистилляции извлекается максимальное количество эфирного масла, в этом процессе получен максимальный, среди представленных результатов, технологический критерий эффективности (Е=94,92). Выход конкрета составил 88,7 %, а технологический критерий эффективности — 88,21. Выход абсолю составил 90,2 %, а технологический критерий эффективности составил 89,61.

Увеличение выхода эфирного масла фенхеля связано с летучестью терпенов, которые имеют сложную молекулу и в процессе дистилляции превращаются в

более простые структуры летучие с водяным паром, а при экстрагировании с растворителем извлекаются не полностью, поэтому считается, что фенхель трудно экстрагируемое сырьё [81].

В табл. 3.14 представлены показатели качества эфирного масла, конкрета и абсолю фенхеля.

Таблица 3.14 – Показатели качества целевых продуктов, извлеченные из сырья фенхеля обыкновенного

<u> </u>			Т
Название	Эфирное масло	Конкрет	Абсолю
показателя			
Внешний вид	Легкоподвижная	Густая	Подвижная
	прозрачная	мазеобразная масса	прозрачная
	жидкость		жидкость
Цвет	От бесцветного до	Темно-зеленый с	Зеленовато-
	желто-зеленого	бурым оттенком	коричневый
	цвета		
Запах	Характерный для	Растений фенхеля с	Растений фенхеля с
	свежих растений	медовым оттенком	медовым оттенком
Относительная	0,960-0,970	0,965-0,975	0,970-0,985
плотность при 20			
$^{0}C$			
Показатель	1,5100-1,5110	1,5260-1,5265	1,5290-1,5300
преломления при			
$20~^{0}\mathrm{C}$			
Кислотное число,	2,3-3,0	4,1-5,0	13-15
мг КОН/г			
Массовая доля	60,0-75,0	70,0-80,0	65,0-75,0
анетола, %			
Массовая доля	4,8-6,0	5,6-8,0	8,0-10,0
фенхона, %			

Продукты, извлекаемые из сырья фенхеля обыкновенного по внешнему виду, цвету, запаху отличаются друг от друга. Биологически активные вещества конкрета и абсолю выгодно отличаются от компонентов эфирного масла своим запахом, который полнее и натуральнее передает аромат свежего растения фенхеля, в частности это характерно для абсолю.

Компонентный состав эфирного масла, конкрета и абсолю количественно и качественно различен. Основные компоненты эфирного масла: анетол (69,6 %),  $\alpha$ -пинен (7,41 %),  $\beta$ -фелландрен (4,27 %), фенхон (4,94 %), метилхавикол (2,83 %). Основные компоненты конкрета: анетол (86,86 %), метилхавикол (3,15 %), фенхон (0,7 %). Основные компоненты абсолю: анетол (62,02 %), фенхон (10,06 %), анисовый альдегид (10,94 %), метилхавикол (3,38 %).

Массовая доля анетола в эфирном масле фенхеля составила 69,6 %, в экстрактовых маслах содержание его в конкрете выше на 17,3 %, в абсолю ниже на 7,6 % по сравнению с эфирным маслом.

#### 3.2.2 Закономерности кинетики извлечения целевых продуктов

Эфирное масло фенхеля и биологически активные вещества содержатся как во внешних, так и во внутренних вместилищах растения [116]. Процессы извлечения этих веществ рассматривали с точки зрения массопереноса. Кинетика извлечения этих веществ зависит от многих факторов [40], поэтому для получения кинетических характеристик извлечения эфирного масла, конкрета и абсолю из фенхеля было экспериментов. Сначала проведено ряд определяли продолжительность извлечения заявленных продуктов, а затем оценивали закономерности и оптимальные условия их извлечения. На рис. 3.3 представлены кривые извлечения эфирного масла, конкрета и абсолю в зависимости от продолжительности процесса.

Процессы получения каждого продукта из сырья фенхеля обыкновенного рассматривали отдельно, каждому процессу массопереноса соответствует своя кинетическая кривая.

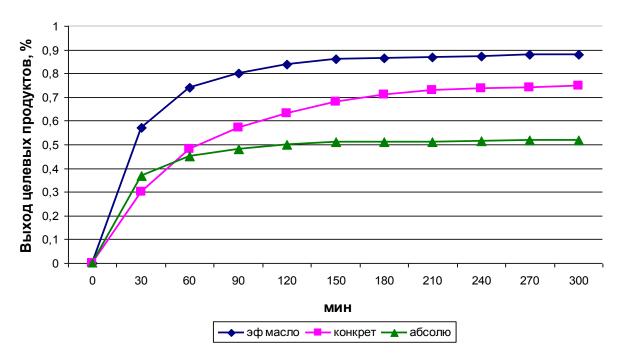


Рисунок 3.3 – Кривые извлечения целевых продуктов из сырья фенхеля обыкновенного

Кинетическая кривая отгонки эфирного масла из сырья (рис. 3.3) показала, что в первые 30 мин процесса извлеклось 64,8 % эфирного масла, через 60 мин - 84,1 %, 90 мин – 90,9 %, 120 мин – 95,5 %, а далее от 150 до 300 мин прибавка эфирного масла практически не наблюдалась (0,2 %). Данные результаты показывают, что за 120 мин извлекается основное количество эфирного масла, дальнейший процесс отгонки с экономической точки зрения не целесообразен, виду того, что не приводит к значительному увеличению. По кривой отгонки эфирного масла можно судить о том, что эфирное масло фенхеля обыкновенного сосредоточено в основном во внешних вместилищах, из которых в первые 30 минут извлекается почти полностью, а далее скорость процесса определяется внутренней диффузией, поэтому изменять параметры извлечения эфирного масла фенхеля, наиболее благоприятно в первые 30 минут.

Кривая извлечения эфирного масла в зависимости от продолжительности процесса (x) описана логарифмическим уравнением, которое имеет вид:

$$Y_{9\phi.M} = 0.37 \cdot \ln(x) + 0.06 \tag{3.3}$$

величина достоверности аппроксимации R = 0.92, а также может быть описано полиномиальным уравнением второго порядка, которое имеет вид:

$$Y_{2d,M} = -0.02 \cdot x^2 + 0.26 \cdot x - 0.15 \tag{3.4}$$

величина достоверности аппроксимации R = 0.93.

В сырье с внешними эфиромасличными вместилищами эфирное масло отделено клеточной оболочкой, которая легко разрушается при механическом воздействии и повышении температуры, при этом эфирное масло растекается по поверхности частиц сырья, из которого водным паром сначала извлекаются углеводороды, обладающие высокой упругостью паров. С первой секунды соприкосновения пара с сырьем процесс идет с постоянной скоростью и подчиняется газовым законам и законам конвективной диффузии.

В литературе встречаются противоречивые рекомендации по выбору оптимального времени экстрагирования эфиромасличного сырья, обеспечивающие качественный конечный продукт: от 10-15 мин до 240 мин (глава 1.5).

Характер извлечения второй кривой, т.е. конкрета показывает, что фенхель трудно экстрагируемое сырье, т.к. в течение 30 мин извлекается 53,5 % конкрета от общего количества, полученного экстракцией в течение 5 ч. Прибавка конкрета в период от 30 до 120 мин составляет 44,2 %. В период от 120 до 300 мин прибавка в составила 2,3 %.

Известно, что из некоторых эфиромасличных растений в первые 5-10 мин извлекаются воска, расположенные на поверхности [127]. Так и у фенхеля обыкновенного, в первые минуты извлекается воск, а затем мисцелла обогащается этанолрастворимыми нелетучими веществами, которые содержатся в растении вместе с эфирным маслом. Процесс выделения нелетучих веществ из растений фенхеля сопровождается интенсивным окрашиванием мисцеллы, характерным для этих веществ.

Зависимость выхода конкрета от продолжительности процесса экстрагирования (x) носит логарифмический характер и имеет вид:

$$Y_{\kappa} = 0.31 \cdot \ln(x) + 0.09 \tag{3.5}$$

величина достоверности аппроксимации R = 0.94.

Кривая отгонки абсолю фенхеля показывает, что за первые 30 мин извлекается 71,2 % абсолю, через 60 мин - 86,6 %, через 120 мин извлеклось - 96,2 % абсолю, после 120 мин прибавки абсолю практически не наблюдалась.

Зависимость выхода абсолю от продолжительности процесса (x) также можно выразить логарифмическим уравнением, которое имеет вид:

$$Y_{ab.} = 0.22 \cdot \ln(x) + 0.54$$
 (3.6)

величина достоверности аппроксимации R = 0.94.

Таким образом, оптимальная продолжительность извлечения эфирного масла и абсолю составляет 120 мин, для конкрета 150 мин, за это время извлекается более 95 % целевых продуктов из свежеубранного сырья фенхеля.

#### 3.2.3 Определение и установление оптимальной интенсивности режима отгонки эфирного масла фенхеля

Исследования по изучению влияния интенсивности режима отгонки на степень извлечения эфирного масла проводили на модельном образце сырья фенхеля обыкновенного. Кривые извлечения эфирного масла из сырья фенхеля при различной интенсивности процесса дистилляции представлены в координатах lg F— т, где F — безразмерный остаток эфирного масла в сырье, равный отношению текущего маслосодержания к первоначальному, т — время процесса (рис. 3.4).

Процесс извлечения эфирного масла зависит от скорости его проведения. В первые 20 минут отгоняется 42 % эфирного масла фенхеля при скорости отгонки 0,5 кг/кг·ч и до 90 % при скорости 1,8 кг/кг·ч, затем прирост масла падает, и извлечение достигает через 90 минут от 86,7 % (0,5 кг/кг·ч) до 98 % (1,8 кг/кг·ч).

На следующем участке процесса от 90 мин до 150 мин прирост эфирного масла еще меньше, чем на предыдущем, при этом он тем меньше, чем выше скорость отгонки.

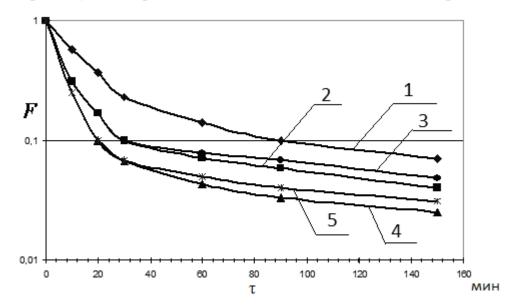


Рисунок 3.4 — Зависимость степени извлечения эфирного масла фенхеля от скорости отгонки: кривая 1 ( $\upsilon$ =0,5 кг/кг·ч); кривая 2 ( $\upsilon$ =1,2 кг/кг·ч); кривая 3 ( $\upsilon$ =1,8 кг/кг·ч); кривая 4 ( $\upsilon$ =1,2 кг/кг·ч первые 20 мин, а затем  $\upsilon$ =0,5 кг/кг·ч); кривая 5 ( $\upsilon$ =1,8 кг/кг·ч первые 20 мин, а затем  $\upsilon$ =0,5 кг/кг·ч)

С увеличением скорости отгонки эфирного масла изменяется продолжительность его извлечение, так при скорости 1,8 кг/кг·ч за 20 мин отгоняется такое количество эфирного масла, как и за 80 мин при скорости 1,2 кг/кг·ч или за 2,5 часа при скорости отгонки 0,5 кг/кг·ч. Следовательно, при скорости 0,5 кг/кг·ч отгоняется 93 % за 150 минут, при скорости 1,2 кг/кг·ч отгоняется 95 %, а при скорости 1,8 кг/кг·ч — 98 %.

Полученные данные показывают, что при повышении скорости отгонки от 0,5 до 1,8 кг/кг·ч можно увеличить выход эфирного масла от 5 до 23 % и сократить продолжительность процесса на 60 мин, но из литературных источников известно, что при повышении скорости отгонки эфирного масла увеличиваются затраты электроэнергии на получения дополнительного количества пара [116]. Поэтому рекомендуем проводить ступенчатый процесс отгонки эфирного масла с изменением скорости отгонки. Для этого мы получили кривые 4 и 5, у которых скорость отгонки в первые 20 минут равна 1,8 и 1,2 кг/кг·ч, а далее скорость

отгонки составляет 0,5 кг/кг·ч. Как показывают данные представленные на рисунке 3.6, общий выход эфирного масла при ступенчатом процессе меньше, чем при одноступенчатом, но изменения незначительные от 0,2 % до 0,8 %.

# 3.3 Разработка технологии извлечения биологически активных веществ из отходов фенхеля обыкновенного

Эфиромасличная промышленность отличается от других наличием большого количества отходов, которые в зависимости от вида культуры составляют более 90 % от исходного сырья [118-119]. Использование отходов и побочных продуктов, образующихся в процессе переработки растительного сырья, является важным резервом увеличения объемов производства эфиромасличной продукции. Вторичное сырье эфиромасличной промышленности до сих пор не нашло широкого применения, в основном его используют в качестве органических удобрений и кормов для животноводства и только незначительное количество отходов используется для получения биологически активных веществ.

Технология комплексной переработки фенхеля обыкновенного предусматривает получение эфирного масла, дистилляционной воды и концентрата. Нами предложена переработка отходов после извлечения эфирного масла способом экстракции, что позволит получить водно-спиртовый экстракт и конкрет отходов.

#### 3.3.1 Технология получения натуральной душистой воды фенхеля обыкновенного

В эфиромасличном производстве дистилляционная вода является отходом процесса паровой дистилляции и составляет более 50 % от массы перерабатываемого сырья, воду повторно не используют в технологическом процессе, а сливают в канализацию [112]. Известно, что дистилляционная вода содержит до 0,05 % массовой доли эфирного масла и многие компоненты его

растворимы в воде, такие как анетол и фенхон [23]. Поэтому дистилляционную воду фенхеля, можно считать, насыщенным водным экстрактом или натуральной душистой водой.

Дистилляционную воду, образовавшуюся в процессе дистилляции в течении всего времени отгонки, собирали в сборник, далее ее отправляли на отстаивание и фильтрацию.

Натуральная душистая вода фенхеля обыкновенного сорта Мэрцишор — бесцветная слегка мутноватая жидкость с нежным запахом растений фенхеля, на поверхности, которой при продолжительном отстаивании наблюдается образование небольших жирных капель (эфирного масла). Для идентификации компонентов натуральной душистой воды применяли метод газожидкостной хроматографии. В состав летучих компонентов входило 15 компонентов, из них было идентифицировано 7, на которые приходится 97,6 % от общей суммы, компонентный состав воды фенхеля представлен в таблице 3.15.

Таблица 3.15 – Компонентный состав натуральной душистой воды фенхеля обыкновенного сорта Мэрцишор

Название компонента	Массовая доля, %	
Фенхон	7,00	
Камфора	0,47	
Линалооол	0,49	
Метилхавикол	1,47	
Анетол	87,68	

Примечания.

- 1. Приведенные количественные характеристики компонентов являются усредненные для всего объема дистилляционной воды, полученной при производстве эфирного масла фенхеля.
  - 2. Массовая доля эфирного масла составила 0,05 %.

Из таблицы 3.15 видно, что основным компонентом воды является анетол, и его концентрация составляет 87,68 %, что на 20,6 % больше чем в эфирном масле фенхеля из целых растений, собранных в фазу молочно-восковой зрелости плодов на центральном зонтике. В изученной душистой воде обнаружены в заметных

количествах и идентифицированы только те соединения, которые являются компонентами эфирного масла фенхеля.

Ценность дистилляционной воды или натуральной душистой воды фенхеля заключается не только в возможности получения дополнительного количества компонентов (анетола, фенхона), но и в ее биологической активности. Известно еще издавна, что настойки и отвары фенхеля обыкновенного используется в народной медицине и входят в состав медицинских препаратов, как укрепляющее, отхаркивающее, противовоспалительное, бактерицидное, дезинфицирующее, мочегонное, мягкое слабительное, тонизирующее средство [16]. Анетол, широко используется в фармацевтической, пищевой и мыловаренной промышленности и служит сырьем для синтеза обепина — ароматического вещества, применяемого в парфюмерии. Достаточно большое количество фенхона — маслянистая жидкость с камфорным запахом и горьким вкусом, является сильным антисептиком, применяется как компонент искусственных эфирных масел [23].

# 3.3.2 Технология получения концентрата фенхеля обыкновенного сорта Мэрцишор

Из научной литературы известно [65], что при переработке растений методом дистилляции в подъемной колонне аппарата НДТ-3М выделяется клеточный сок. Сок вместе с конденсатом пара, образующийся при нагревании сырья, отводится в отстойник и далее насосом через фильтр направляется в выпарной аппарат, где выпаривается под атмосферным давлением при температуре 90 - 95 °C и фасуется в тару. В лабораторных условиях методом Далматова при переработке целых растений фенхеля, также образуется клеточный сок и конденсат пара, которые фильтровали и выпаривали на водяной бане. Полученный концентрат фенхеля обыкновенного сорта Мэрцишор — вязкая темно-коричневая жидкость с запахом растений фенхеля и сена, выход его составил 0,8 % на сырую массу сырья фенхеля. Относительная плотность при 20 °C — 1,250, показатель преломления при 20 °C — 1,5100, содержание сухого остатка — 40 %, кислотное число 15 мг КОН/г.

Компонентный состав концентрата фенхеля определяли методом газожидкостной хроматографии. Определены 31 компонентов, из них было идентифицировано 14, на которые приходится 77,9 % от общего количества.

Компонентный состав концентрата фенхеля представлен в таблице 3.16.

Таблица 3.16 – Компонентный состав концентрата фенхеля обыкновенного сорта Мэрцишор

Название компонента	Массовая доля, %
α-пинен	1,72
β-пинен	0,08
β-мирцен	0,58
β-фелландрен	2,33
Лимонен	2,38
Фенхон	1,98
Камфора	0,71
Линалооол	0,52
Метилхавикол	1,58
Анетол	65,23

В результате полученных данных, установлено, что основным компонентом является анетол, как в эфирном масле и натуральной душистой воде фенхеля, в значительной концентрации также содержаться α-пинен, β-фелландрен, лимонен, метилхавикол.

Для определения других биологически активных веществ в концентрате и в натуральной душистой воде фенхеля применяли общепринятые методы, описанные в главе 2.

Таким образом, оба продукта богаты биологически активными веществами, прежде всего сапонинами и флавоноидами, представляющими интерес для производства косметических композиций.

Таблица 3.17 – Содержание биологически активных веществ в натуральной душистой воде и в концентрате фенхеля

Наименование показателя	Душистая вода фенхеля	Концентрат фенхеля
Массовая доля дубильных	$0,9\pm0,01$	$0,6\pm0,02$
веществ (в пересчете на		
танин), %		
Массовая доля флавоноидов	$1,3\pm0,03$	1,50±0,01
(в пересчете на рутин), %		
Массовая доля аскорбиновой	$0,\!05\pm0,\!01$	$0.8\pm0.02$
кислоты, мг %		
Массовая доля сапонинов %	$7,3\pm0,05$	8,6±0,04

### 3.3.3 Технология получения водно-спиртового экстракта фенхеля обыкновенного сорта Мэрцишор

Эфирное масло фенхеля обыкновенного составляет лишь часть от суммы всех биологически активных веществ, накапливающих в растении, после извлечения эфирного масла из растений, в отходах фенхеля содержатся ценнейшие органические соединения (экстрактивные вещества), представляющий интерес для фармацевтической и парфюмерно-косметической промышленности.

Одним из древнейших методов выделения биологически активных веществ из природных растительных материалов является экстракция, которая широко используется по настоящее время. Процесс экстракции довольно сложный, включает в себя растворение, десорбцию, диализ, диффузию (молекулярную и конвективную) [3]. Процесс извлечения экстрактивных веществ осложняется и явлений, связанных взаимодействием рядом поверхностных c молекул растворителя с молекулами клеточных структур. На процесс экстракции влияет способ проведения, аппаратурное оформление процесса, вид экстрагента, его концентрация, степень измельчения сырья, продолжительность процесса и т.п. Для установления необходимых условий, влияющих на выход экстрактивных веществ из отходов фенхеля обыкновенного, было проведено ряд исследований.

Которые показали что, на извлечение экстрактивных веществ из отходов сырья фенхеля оказывает степень их измельчения, при этом увеличивается поверхность массоотдачи. На основную массу отходов сырья фенхеля обыкновенного приходится фракция с размером 2-3 см, которая составляет 65 %—это наиболее оптимальная фракция для максимального извлечения экстрактивных веществ. Однако, если сырье фенхеля измельчить до размера частиц 1-1,5 см, выход экстрактивных веществ увеличится на 3 %, но в промышленной переработке это приведет к снижению проницаемости водно-этанольного раствора, что затруднит процесс экстракции и увеличит их потери.

В качестве экстрагента использовали этиловый спирт, который широко экстрактивных применяется ДЛЯ извлечения веществ из лекарственного, эфиромасличного и растительного сырья. Этиловый спирт, как экстрагент, имеет ряд преимуществ: не образует вредных соединений с экстрагируемым сырьем, не вызывает коррозии оборудования, имеет относительно низкую температуру кипения (78 °C), а также этиловый спирт является хорошим консервантом и экологически безопасным. Это позволяет использовать полученные экстракты как в парфюмерно-косметической промышленности, так и в медицине. Поэтому в промышленности проводят экстрагирование отходов сырья после извлечения эфирного масла водно-этанольными растворами с различной концентрацией спирта.

Согласно, теории экстрагирования растительного и эфиромасличного сырья, количество биологически активных веществ продиффундирующего определенный слой сырья, омкцп пропорционально продолжительности экстрагирования и повышается количество извлекаемых веществ. Для достижения полноты извлечения необходимо учитывать и другие факторы, позволяющие интенсифицировать процесс экстрагирования. В наших исследованиях таким фактором была температура экстрагента. Кривые выхода экстрактивных веществ интенсификации при процесса экстрагирования фенхеля отходов OT продолжительности процесса при различных температурах экстракции при концентрации этанола — 60% представлены на рисунке 3.5.

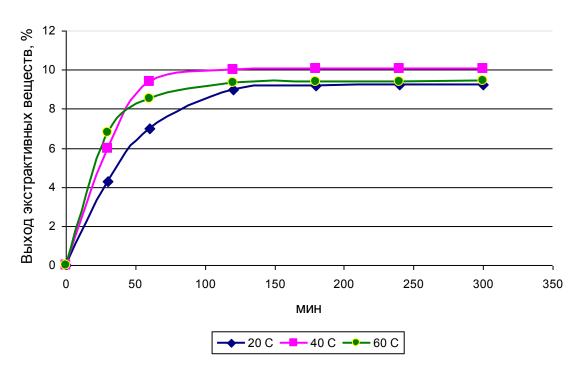


Рисунок 3.5 – Влияние температуры и продолжительности экстракции на выход экстрактивных веществ из отходов фенхеля обыкновенного сорта Мэрцишор

Как следует из рисунка 3.5 в первые 30 минут процесса извлекается основная масса экстрактивных веществ от 47 до 72 % от общего количества в течение всего опыта. За 60 минут отгоняется от 76 до 93 %, за 120 минут – до 99 %, а затем до окончания опыта, их прибавка незначительна. Кривые на участке от 2 до 5 ч имеют почти незаметный подъем, который соответствует от 0,1 до 0,3 % отгоняемого продукта, поэтому можно сказать о полном извлечении экстрактивных веществ из сырья в условиях поставленного эксперимента. Дальнейший процесс извлечения экстрактивных веществ с экономической точки зрения не целесообразен, виду того, что не приводит к значительному увеличению экстрактивных веществ.

Процесс экстракции в зависимости от скорости делится на два периода — быстрый и медленный. Сначала извлекаются наиболее доступные для растворителя биологически активные вещества, расположенные на поверхности частиц сырья и непрочно связанные со структурой экстрагируемого материала. Этот процесс определяется скоростью растворения и массоотдачи от поверхности материала. Во втором периоде происходит извлечение экстрактивных веществ из труднодоступных частей экстрагируемого сырья молекулярной диффузией;

интенсивность процесса при этом резко снижается, что и подтверждается кривыми, представленными на рисунке 3.5.

Зависимость выхода экстрактивных веществ от продолжительности процесса при температуре процесса  $20~^{0}$ C (x) может быть описано полиномиальным уравнением второго порядка и имеет вид:

$$Y_{20} = -0.75 \cdot x^2 + 5.17 \cdot x + 1.28 \tag{3.7}$$

величина достоверности аппроксимации R = 0.92.

Зависимость выхода экстрактивных веществ от продолжительности процесса при температуре процесса  $40~^{0}$ C (x) может быть описано полиномиальным уравнением третьего порядка, которое имеет вид:

$$Y_{40} = 0.44 \cdot x^3 - 4.16 \cdot x^2 + 11.79 \cdot x + 0.56 \tag{3.8}$$

величина достоверности аппроксимации R = 0.93.

Зависимость выхода экстрактивных веществ от продолжительности процесса при температуре процесса  $60~^{0}$ C (x) можно описать полиномиальным уравнением третьего порядка, которое имеет вид:

$$Y_{60} = 0.42 \cdot x^3 - 3.94 \cdot x^2 + 10.94 \cdot x + 0.89 \tag{3.9}$$

величина достоверности аппроксимации R = 0.93.

Влияние концентрации этилового спирта (от 20 до 90 %) и температуры процесса (от 20 до 60  $^{0}$ C) на выход экстрактивных веществ фенхеля при экстракции в течение двух часов представлены в табл. 3.18.

Таблица 3.18 – Влияние концентрации этанола и температуры процесса на выход экстрактивных веществ из отходов сырья фенхеля обыкновенного

Концентрация	Содержание экстрактивных веществ в экстрактах, %				
этанола, %	20 °C	30 °C	40 °C	50 °C	60 °C
20	8,21±0,01	8,67±0,03	8,94±0,01	9,25±0,02	8,48±0,04
30	8,28±0,02	8,72±0,02	8,98±0,01	9,37±0,03	8,51±0,02
40	8,95±0,05	9,43±0,02	9,68±0,02	9,82±0,01	9,13±0,01
50	9,06±0,05	9,5±0,03	9,76±0,03	9,89±0,01	9,25±0,02
60	9,17±0,04	9,66±0,01	9,91±0,02	10,04±0,03	9,37±0,03
70	7,83±0,06	8,07±0,04	8,34±0,02	8,69±0,02	7,98±0,02
80	7,38±0,01	7,81±0,02	8,02±0,01	8,23±0,01	7,46±0,01
90	6,94±0,01	7,49±0,01	7,63±0,02	7,9±0,01	6,99±0,01

Анализируя, полученные данные (табл. 3.18), установили, что выделения экстрактивных веществ из водно-спиртового экстракта фенхеля для всех исследуемых температур изменяется в пределах от 9 % до 10 %. Выход их вначале возрастает с повышением концентрации этанола и достигает максимума при 60 % этанола, а затем снижается. Поэтому оптимальная концентрация этилового спирта 60 % для полного извлечения экстрактивных веществ.

Важной задачей исследований является выявление технологических параметров, которые обеспечат оптимальный выход экстрактивных веществ, при постоянном давлении. При их определении в основу эксперимента был положен план второго порядка — план Бокса с числом независимых переменных m=2. отходов фенхеля Переменными факторами при настаивании выбраны: у – концентрация этилового спирта – 20 - 90 %, х — температура процесса в интервале варьирования 20 - 60 °C. В качестве функции отклика EV- содержание суммарных экстрактивных веществ, % к абсолютно сухой массе. В результате математической обработки и исключения незначимых коэффициентов уравнение регрессии представляется в виде:

$$EV = 2,85 + 0,13x + 0,19y - 0,001x^2 - 0,002y^2$$
(3.10)

График зависимости выхода экстрактивных веществ от температуры (от  $20~^{0}$ C до  $60~^{0}$ C) и концентрации этилового спирта (от 20~% до 90~%) представлен на рисунке 3.7.

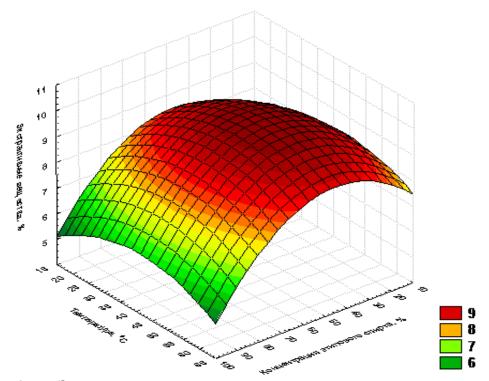


Рисунок 3.7 – Зависимость выхода экстрактивных веществ от температуры процесса и концентрации спирта

Динамика экстрактивных веществ в зависимости от концентрации этанола в растворителе при температуре  $20~^{0}$ С может быть описана уравнением второй степени, графическое изображение которой представлено на рисунке 3.8.

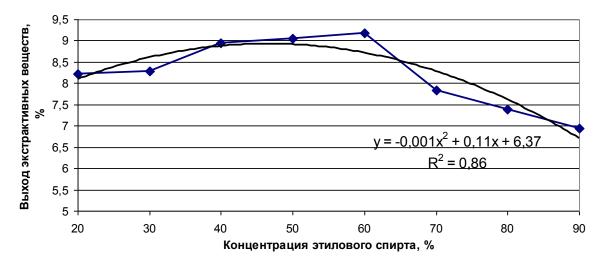


Рисунок 3.8  $\,-\,$  Зависимость выхода экстрактивных веществ от концентрации этилового спирта при температуре 20  $^{0}$ C

Характеристика водно-спиртового экстракта с концентрацией этилового спирта 60 % является новым продуктом, полученного из отходов фенхеля после извлечения эфирного масла приведена в таблице 3.19.

Таблица 3.19 — Органолептические и физико-химические показатели качества водно-спиртового экстракта фенхеля обыкновенного сорта Мэрцишор

Наименование показателя	Фактическое значение
Внешний вид	Прозрачная жидкость
Запах	Приятный, характерный для
	растения фенхеля
Цвет	Светло-желтый
Относительная плотность при 20 °C	0,9651
Показатель преломления при 20 °C	1,5010
Массовая доля дубильных веществ (в	1,2
пересчете на танин), %	
Массовая доля флавоноидов (в пересчете на	8,1
рутин), %	
Массовая доля аскорбиновой кислоты, мг %	0,1
Массовая доля сапонинов %	13,3

Представленные в таблице 3.19 показатели качества водно-спиртового экстракта легли в основу разработанных технических условий (Приложение В).

В компонентном составе водно-спиртового экстракта отходов фенхеля было обнаружено 8 компонентов, из них идентифицировано 4 вещества, на которые приходится 97,75 % от общего количества, основные из них: камфен (41,75 %), лимонен (38,66 %),  $\alpha$ -пинен (10,19 %), анетол (7,15 %).

Среди компонентов экстракта фенхеля особый интерес представляет камфен [23], который применяется в производстве душистых веществ, инсектицидов и является промежуточным продуктом в синтезе камфары - ценного продукта для многих химических производств. Массовая доля лимонена составляет 39 %, он применяется самых различных сферах производства, благодаря разнообразным свойствам. Он входит в состав многих парфюмерных продуктов, шампуней, моющих и чистящих средств, растворителей — в быту и на производстве. Лимонен используется обезжиривания ДЛЯ металла перед

промышленным окрашиванием, в бытовой химии, например, для чистки деревянных покрытий, для удаления жира с кожи рук. Он является прекрасной экологически чистой альтернативой токсичным и опасным растворителям и нефтепродуктам таким как: ацетон, бензол, толуол, уайт-спирит и др. [122].

Таким образом, из отходов можно получать новый продукт водно-спиртовый экстракт фенхеля, который с успехом используется как в косметических препаратах, в медицине и в бытовой химии.

#### 3.3.4 Исследование конкрета из отходов фенхеля после извлечения эфирного масла

В результате исследований нами получен конкрет из отходов фенхеля после извлечения эфирного масла. Конкрет — количество эфирного масла и сопровождающих его веществ, переходящих вместе с маслом в растворитель из отходов фенхеля. Выход его составил 0,2 % на сырую массу.

Для получения конкрета отходов фенхеля использовали метод экстракции нефрасом марки A, в соотношении 1: 10 настаивали по 30 мин дважды. Мисцеллу объединяли и упаривали на водяной бане. Остатки растворителя из конкрета отходов фенхеля удаляли в сушильном шкафу при температуре 50-55 °C.

Результаты определения органолептических и физико-химических исследований показателей качества конкрета из отходов фенхеля после извлечения эфирного масла представлены в таблице 3.20.

Указанные в таблице показатели качества и их нормативы легли в основу разработанного проекта технических условий к конкрету отходов фенхеля (Приложение  $\Gamma$ ).

Таблица 3.20 – Органолептические и физико-химические показатели качества конкрета фенхеля из отходов

Наименование показателя	Значение показателя
Внешний вид	Густая мазеобразная масса
Цвет	Темно-зеленого цвета с
	буроватым оттенком
Запах	Сухого сена с медовым оттенком
Число омыления, мг КОН/г	40-120
Массовая доля сухого остатка, %	80-90
Массовая доля растворителя, %	2-3

Для идентификации компонентного состава конкрета отходов фенхеля использовали метод газожидкостной хроматографии. В конкрете отходов фенхеля было обнаружено 7 легколетучих веществ, из них идентифицировано 4 вещества, на которые приходится 78 % от общего количества, основные из них: анетол (56,9 %), метилхавикол (4,13 %), фенхон (8,3 %), α-пинен (8,7 %).

### 3.4 Исследование воска фенхеля, полученного в процессе экстракции целых растений фенхеля

Экстракция основана на растворимости душистых веществ растений в органических растворителях. Кроме компонентов эфирного масла из сырья извлекаются труднолетучие смолистые вещества и воскообразные вещества, обладающие фиксирующими свойствами. При экстрагировании растений получают масло конкрет, передающий более полный аромат растения ввиду извлечения всего комплекса душистых веществ и отсутствия химических изменений компонентов [40].

Наличие высоких природных ресурсов фенхеля обыкновенного придает еще больше возможности для перспективных исследований и разработку новых продуктов на его основе, и физико-химическое их изучение. Так при экстрагировании растений фенхеля обыкновенного углеводородным растворителем были получены конкрет, абсолю и воска.

Конкрет фенхеля в целом виде в парфюмерии практически не используется ввиду того, что он содержит воскообразные вещества, нерастворимые в этиловом

спирте, поэтому из него выделяют спирторастворимую часть, известную под названием масла абсолю фенхеля и отходы производства — воски.

Воск — это комплекс веществ липидного характера, содержащий предельные и непредельные высшие углеводороды, высшие жирные кислоты, альдегиды, кетоны, спирты и их эфиры и пигменты [116]. Все они являются ценным сырьем как для косметических изделий, так и в фармацевтической промышленности.

Проведенными исследованиями установлено, что выход воска из целых растений фенхеля составляет 14,96 % на абсолютно сухую массу. Воск представляет собой мазеобразную консистенцию белого цвета со слегка кремовым оттенком, со слабым запахом растения фенхеля.

Показатели качества воска приведены в таблице 3.21.

Наименование показателяФактическое значениеТемпература каплепадения, °C50-54Кислотное число, мг КОН/г5,62Эфирное число, мг КОН/г52,73Содержание влаги, не более %0,5РастворимостьНе растворим в воде, растворим в жирных маслах с предварительным нагреванием

Таблица 3.21 – Физико-химические показатели воска

Температура каплепадения и мазеобразная консистенция оптимальна для некоторых косметических изделий (кремы, помады). Таким образом, использование фенхелевого воска может идти в нескольких направлениях, таких как выделение его компонентов как ценных биологически активных веществ для косметической и фармацевтической промышленности, а также в производстве мыла, твердых духов, декоративных карандашей для век и губ, декоративных и гигиенических помад, блесков и бальзамов.

Приведенные в таблице 3.21 показатели качества легли в основу разработанного проекта технических условий, в котором указаны требования, предъявляемые к воску фенхеля (Приложение Д).

### 3.5 Разработка технологии комплексной переработки плодов фенхеля обыкновенного

Следующим этапом наших исследований стало разработка режимов и параметров технологии переработки плодов фенхеля.

Процессуально-технологическая схема переработки плодов фенхеля представлена на рисунке 3.9.

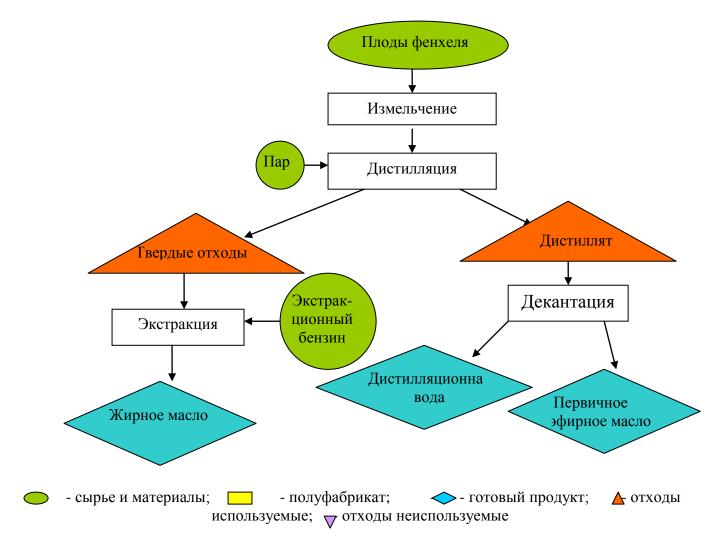


Рисунок 3.9 – Процессуально - технологическая схема переработки плодов фенхеля

Плоды фенхеля содержали: белков -19.5 %, сахаров -5.2 %, эфирного масла  $-6.1\pm0.07$  % (на абсолютно сухую массу). По органолептическим показателям фенхелевое эфирное масло из плодов представляло собой легкоподвижную прозрачную жидкость светло желтого цвета с сильным анисовым

запахом и сладковато-пряным вкусом. Типичная хроматограмма эфирного масла из плодов фенхеля представлена на рисунке 3.10.

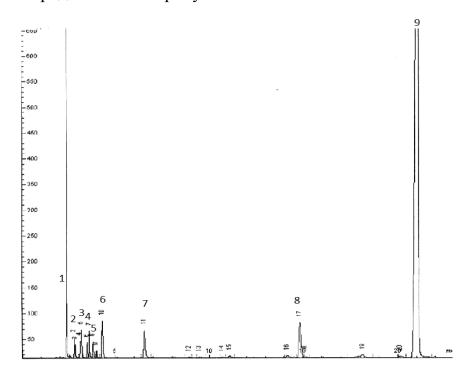


Рисунок 3.10 — Типичная хроматограмма эфирного масла из плодов фенхеля: 1 -  $\alpha$ -пинен, 2 - сабинен, 3-  $\beta$ -мирцен, 4 -  $\beta$ -феландрен, 5 - лимонен, 6 -  $\gamma$ -терпинен, 7 - фенхон, 8 - метилхавикол, 9 - анетол

Физико-химические показатели качества эфирного масла фенхеля представлены в таблице 3.22.

Таблица 3.22 — Физико-химические показатели качества эфирного масла фенхеля из плодов

Наименование показателя	Фактическое значение, %	
Относительная плотность при 20 °С	0,965	
Показатель преломления при 20 °C	1,534	
Угол вращения, градус	13,4	
Массовая доля анетола, %	83,3	
Массовая доля фенхона, %	9, 3	
Растворимость в 90 % - ном (v/v)	Полная растворимость 1 объема масла	
этиловом спирте (этаноле) при 20 °C	в 0,3 объемах этанола	

Из таблицы 3.22 следует, что физико-химические показатели эфирного масла из плодов фенхеля существенно не отличаются от физико-химических показателей эфирного масла, полученного из промышленной части растения фенхеля обыкновенного сорта Мэрцишор.

Компонентный состав эфирного масла из плодов фенхеля обыкновенного представлен в таблице 3.23.

Таблица 3.23 – Компонентный состав эфирного масла из плодов фенхеля обыкновенного

Название компонента	Массовая доля, %			
Моноциклические монотерпеноиды				
β-феландрен	0,18			
ү-терпинен	0,66			
Сабинен	0,10			
β-мирцен	0,32			
Лимонен	0,66			
1,8-цинеол	0,31			
Бициклические монотерпеноиды				
α-пинен	0,84			
Камфен	0,04			
β-пинен	0,06			
Фенхон	9,18			
Ароматические соединения				
Анетол 83,19				
Пара-цимен	0,30			
Метилхавикол	3,53			

Из приведенных данных (табл. 3.23) следует, что в эфирном масле фенхеля преобладают ароматические соединения (87,02 %), на долю моноциклических терпенов приходится 2,23 %, бициклических монотерпенов—10,12 %.

Отходы фенхеля после извлечения эфирного масла высушивали при комнатной температуре до влажности  $8,0\pm0,5$  % и извлекали жирное масло на аппарате Сокслета нефрасом марки А. Количество жирного масла составило  $20,5\pm0,8$  %.

Химический состав жирного масла представлен в таблице 3.24.

Таблица 3.24 — Химический состав жирного масла фенхеля из отходов плодов фенхеля после извлечения эфирного масла

Название жирной кислоты	Фактическое значение
Олеиновая	22,44
Линолевая	13,26
Петрозелиновая	58,72
Пальмитиновая	3,25

Таким образом, в состав жирного масла из плодов фенхеля входят петрозелиновая, олеиновая, линолевая и пальмитиновая кислоты.

В производстве плоды фенхеля перерабатывают в не измельченном виде. Процесс отгонки длится до 30 часов [64]. Это экономически не выгодно, на переработку плодов при этом затрачивается огромное количество электроэнергии и воды. Поэтому для сокращения продолжительности времени гонки ввели подготовительную стадию — измельчение плодов, что значительно увеличило выход эфирного масла и сократило время гонки.

Цель измельчения — вскрытие эфирномасличных вместилищ. Размер частиц существенно влияет на потери эфирного масла, скорость его извлечения, выход и качество (количество анетола). А основной показатель, характеризующий степень помола — количество масличной пыли, который не должен превышать 5 % [112]. Существенным недостатком процесса измельчения являются значительные потери эфирного масла при измельчении. Воздушно-сухие плоды фенхеля имеют большое сопротивление при перетирании, в результате чего сырье разогревается и эфирное масло испаряется. Исходя из этого, основной задачей при измельчении является снижение сил трения и обеспечение оптимальной степени измельчения, При этом необходимо контролировать массовую долю эфирного масла, по которой судят о потерях при измельчении, и непосредственно степень измельчения.

Известно, что плодовая оболочка фенхеля образована целлюлозой. Целлюлоза – полисахарид второго порядка, является основным компонентом клеточных стенок. В щелочной среде образуется щелочная целлюлоза, этот процесс сопровождается сильным набуханием целлюлозы, в результате чего она становится более мягкой и пластичной. Данное свойство целлюлозы было использовано при подготовке плодов фенхеля к измельчению с целью снижения прочности плодовой оболочки фенхеля, путем увлажнения сырья.

Извлечение эфирного масла из плодов фенхеля осуществляют способом дистилляции из измельченного сырья. В процессе измельчения плодов фенхеля эфирномасличные вместилища разрушаются, и высвобожденное эфирное масло растекается по поверхности твердой фазы. Слой измельченного сырья представляет собой капиллярно-пористое тело, которое удерживает часть эфирного масла в капиллярах и сорбционными силами на поверхности раздела фаз. Сам процесс извлечения эфирного масла характеризуется двумя периодами. Первый период – извлечение свободного эфирного масла с поверхности твердой фазы, протекает достаточно быстро и подчиняется закону конвективной диффузии. Второй период – извлечение связанного капиллярными, сорбционными и молекулярными силами эфирного масла, именно он определяет длительность процесса перегонки и глубину извлечения эфирного масла. Он зависит от массопроводности твердой фазы и подчиняется закону молекулярной диффузии. Для изменения соотношения свободного и связанного твердой фазой эфирного масла, в сторону увеличения свободного, необходимо воздействовать на формы связи эфирного масла и твердой фазы. Введение влаги в измельченное сырье позволит обеспечить капиллярное вытеснение части эфирного масла на поверхность.

Качество эфирного масла, как известно, определяется компонентным составом и их количеством. Физико-химические показатели эфирного масла и его компонентов в зависимости от измельчения представлены в таблице 3.25.

Из данных таблицы 3.25 видно, что массовая доля эфирного масла увеличилась при измельчении плодов фенхеля на лабораторной мельнице типа «Пируэт» в течении 40 сек и 60 сек до 5,25 %, в то время как из целых плодов фенхеля извлекается лишь 2,7 %. Компонентный состав эфирного масла из плодов измельченных разными способами в количественном соотношении разнообразный.

Таблица 3.25 — Массовая доля эфирного масла и его компонентный состав в плодах фенхеля измельченных разными способами

Массовая доля эфирного масла и	Не	Измельченные плоды в мельнице		Расплющен- ные плоды в	Расплю- щенные
его компонентов,	измельченные плоды (контроль)		60 сек	фарфоровой ступке с водой	плоды в «Блендер» 35 сек
Эфирное масло	2,7	5,25	5,25	4,0	3,8
α-пинен	1,04	2,71	2,64	2,08	1,83
Камфен	0,05	0,14	0,13	0,11	0,09
β-пинен	0,08	0,19	0,19	0,15	0,12
Сабинен	0,11	0,27	0,26	0,20	0,17
β-мирцен	0,29	0,82	0,81	0,61	0,50
β-фелландрен	0,17	0,36	0,36	0,28	0,24
Лимонен	0,66	1,51	1,49	1,16	0,96
1,8-цинеол	0,32	0,67	0,67	0,53	0,45
ү-терпинен	0,58	1,16	1,15	0,88	0,76
Пара-цимен	0,37	0,37	0,37	0,34	0,34
Фенхон	9,30	9,61	9,66	10,28	9,81
Метилхавикол	3,61	3,16	3,13	3,32	3,42
Анетол	82,23	77,69	77,85	79,16	80,17

Таким образом, проведенные испытания показали, что из плодов фенхеля, измельченных различными способами можно извлечь большее количество эфирного масла, чем из целых.

Результаты исследований технологии комплексной переработки фенхеля обыкновенного сорта Мэрцишор в условиях предгорной зоны Крыма доказали актуальность проведения данной работы и практическую значимость рационального использования сырья, благодаря получению из него новых натуральных продуктов, содержащие ценные биологически активные вещества.

#### РАЗДЕЛ 4

#### ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ АСПЕКТЫ ПЕРЕРАБОТКИ СЫРЬЯ ФЕНХЕЛЯ И ЭКОНОМИЧЕСКАЯ ЭФФЕКТИВНОСТЬ

### 4.1 Разработка требований к сырью для промышленной переработки фенхеля обыкновенного сорта Мэрцишор

Проведенные исследования показали возможность глубокой переработки целых растений фенхеля обыкновенного сорта Мэрцишор и вторичного сырья на его основе с получением биологически активных веществ в едином технологическом процессе, в зависимости от необходимости получения того или иного натурального продукта. Важнейшей составляющей данного процесса является — качество исходного сырья. На основании результатов исследований, представленных в разделе 3.1, разработаны требования к сырью фенхеля обыкновенного для промышленной переработки. Целые растений фенхеля должны соответствовать нормам, приведенным в таблице 4.1.

Таблица 4.1 — Базовые и ограничительные нормы показателей качества целых растений фенхеля обыкновенного

Показатель	Базовые нормы	Ограничительные
		нормы
1	2	3
Внешний вид	Свежие целые или	Свежие целые или
	измельченные растения	измельченные растения
Цвет	От светлого до темно-	От светлого до темно-
	зеленого цвета	зеленого цвета
Запах	Ароматный запах	Ароматный запах
	растений фенхеля	растений фенхеля
Наличие посторонней влаги	Не допускается	Не допускается
(от дождя, росы и т.д)		

Продолж. таблицы 4.1

1	2	3
Массовая доля сорной примеси, %	2,0	8,0
Массовая доля примеси данного		
растения:		
- сухого листа и стебля, срезанного		
ниже допустимых 10 см от нижнего	2,0	5,0
зеленого листа, (в сумме), %		
- недозрелых и перезрелых растений,		
(в сумме), %	3,0	25,0
Наличие почерневших и прелых	Не допускается	Не допускается
стеблей, листья и соцветий		
Содержание других	Не допускается	Не допускается
эфиромасличных растений		

Базовые и ограничительные нормы показателей качества целых растений фенхеля обыкновенного вошли в основу проекта Национального стандарта Украины на сырье фенхеля для промышленной переработки (Приложение Б).

#### 4.2 Предлагаемая технология комплексной переработки фенхеля обыкновенного

По результатам проведенных исследований предложена технология комплексной переработки фенхеля обыкновенного, которая включает два направления получения:

первое: эфирное масло, натуральную душистую воду фенхеля, концентрат фенхеля, конкрет отходов фенхеля, водно-спиртовый экстракт отходов фенхеля;

второе: конкрета, абсолю, воска.

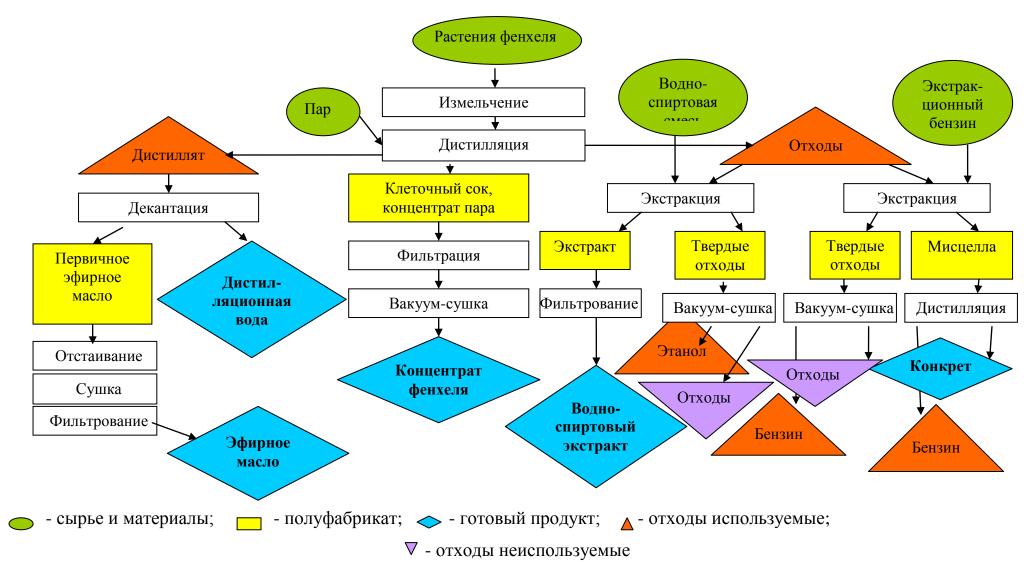


Рисунок 4.1 – Процессуально - технологическая схема переработки целых растений фенхеля с получением эфирного масла, натуральной душистой воды, концентрата фенхеля, водно-спиртового экстракта и конкрета отходов

Промышленное сырье фенхеля должно соответствовать требованиям действующего нормативного документа. Сырье измельчают до размера 3-5 см на измельчителе. По первой схеме (рис. 4.1) из сырья фенхеля методом дистилляции получают эфирное масло. Процесс рекомендуем проводить со скоростью отгонки в первые 20 минут 1,8 кг/кг·ч, далее со скоростью 0,5 кг/кг·ч в течении 120 мин. Образующие при этом жидкие и твердые отходы не утилизируются, а повторно перерабатываются. Жидкими отходами считается дистилляционная вода, которая является товарным продуктом и может использоваться в парфюмернокосметической промышленности, как натуральная душистая вода фенхеля обыкновенного.

Твердые отходы подвергают экстракции водно-спиртовым раствором или экстракционным бензином при этом получаем водно-спиртовый экстракт и конкрет отходов фенхеля.

Вторая схема (рис. 4.2) комплексной переработки фенхеля обыкновенного позволяет получить новые натуральные продукты, что расширяет ассортимент продукции из растения. В процессе экстракции получаем конкрет, который растворяем этиловым спиртом с получением абсолю и отходов производства — воска, продукт для декоративной косметики.

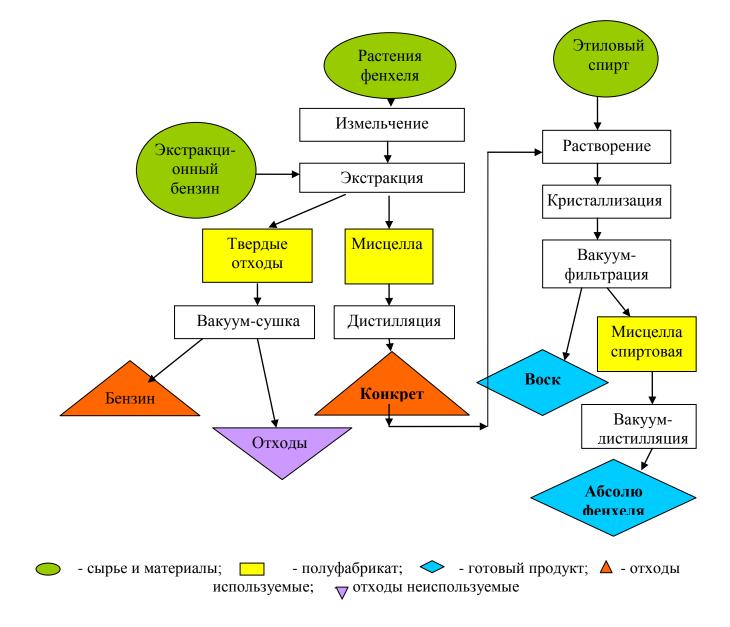


Рисунок 4.2 — Процессуально - технологическая схема комплексной переработки сырья фенхеля с получением конкрета, абсолю и воска

# 4.3 Технологическая схема комплексной переработки растений фенхеля

На основании разработанной технологии комплексной переработки целых растений фенхеля предложены две технологические схемы аппаратурного оформления.

Рекомендации по аппаратурному оформлению технологии комплексной переработки фенхеля обыкновенного даны специалистами Института сельского хозяйства Крыма и ООО «ТРИА».

Производство не требует наличия специального импортного оборудования, технологический процесс осуществлен на отечественном оборудовании.

# 4.3.1 Технологическая схема комплексной переработки растений фенхеля с получением эфирного масла, натуральной душистой воды, концентрата фенхеля, водно-спиртового экстракта и конкрета отходов

Технологическая схема комплексной переработки сырья с получением эфирного масла, натуральной душистой воды, концентрата фенхеля, водноспиртового экстракта и конкрета отходов представлена на рис. 4.3. Переработка начинается с измельчения растений фенхеля на измельчителе ИТС-8 (1), далее измельченное сырье транспортером (2) подается в аппарат НДТ-3М (3). Смесь паров эфирного масла и воды конденсируются в теплообменнике (4), дистиллят охлаждается до температуры 35-42 °C и поступает в маслоотделитель (5), где происходит декантация эфирного масла и дистилляционной воды. Первичное масло-сырец направляется в сборник (6), далее насосом (36) на вакуум-сушку в вакуум-аппарат (10) и через фильтр (11) в сборник эфирного масла (12). Дистилляционная вода после декантации поступает в сборник (7) и далее на фасовку.

В подъемной колонне аппарата НДТ-3М (3) из сырья выделяется клеточный сок, который вместе с конденсатом пара, образующийся при нагревании сырья, отводится в сборник (8) и далее насосом (36) через фильтр (9) направляется в выпарной аппарат (10), где выпаривается под атмосферным давлением при температуре 90-95 <sup>о</sup>С. Полученный концентрат фенхеля поступает в сборник (13), а затем в фасовочное отделение.

Для экстракции отходов фенхеля, после извлечения эфирного масла экстракционным бензином, предложено использовать комплекс оборудования для экстрагирования эфиромасличного сырья P3-ЭОА-3.

Отходы после извлечения эфирного масла транспортером (14) подаются в устройство экстрактора P3-9OA-3 (15).Вертикальный загрузочное перфорированный шнек экстрактора непрерывно транспортирует сырье внутри колонны снизу вверх к перегрузочному устройству. При этом отходы фенхеля подвергаются воздействию подогретого растворителя, поступающего противотоком к сырью через верхний кольцевой пояс выгрузной секции колонны из оборотной емкости (19) с помощью насоса (36) через ротаметр в подогреватель растворителя (20) до температуры 45-55  $^{0}$ C, которая измеряется термометром.

Для поддержания постоянного температурного уровня процесса, распределения жидких пленок растворителя и мисцеллы по всему сечению экстракционной зоны и повышению удерживающей способности мисцеллы через нижний патрубок ввода в полый вал колонны, под перья витков шнека подают пары растворителя, поступающего из дистиллятора НДК.

Количество паров растворителя составляет 10-15 % от его общего расхода (технологический контроль осуществляется по избыточному давлению паров растворителя, поступающих в экстрактор, равному 0,015-0,020 МПа, измеряется нанометром).

Мисцелла отводится из отстойника (21), соединенного с перфорированной частью днища экстрактора, на фильтр грубой очистки (22), из которого насосом (15) перекачивается через водоотделитель (23) в сборник мисцеллы (24). Несконденсированные в экстракторе пары растворителя поступают в теплообменник (18), а после конденсации и охлаждения - в сборник (19).

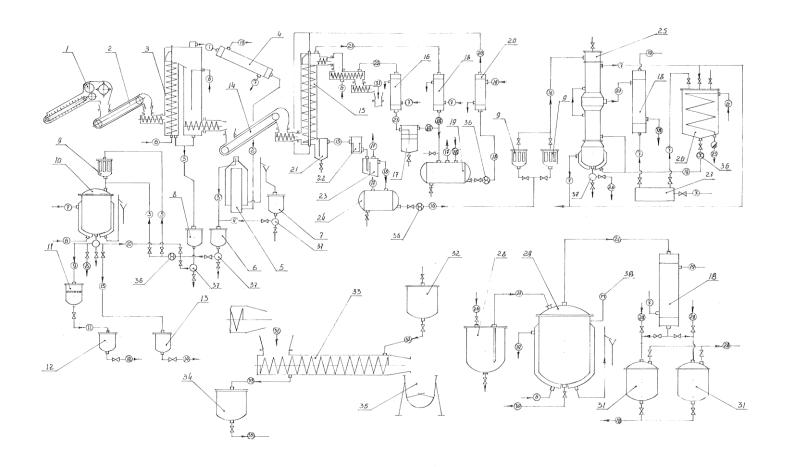


Рисунок 4.3 —Технологическая схема комплексной переработки сырья фенхеля с получением эфирного масла, натуральной душистой воды, концентрата фенхеля, водно-спиртового экстракта и конкрета отходов: 1-измельчитель; 2,4,14-транспортер; 3-НДТ-3М; 4,16,18,30 -теплообменник; 5-маслоотделитель; 6,7,8,12,13,19,21,24,28,32,34,-сборник; 9,11,22-фильтр; 10,29-вакуум-аппарат; 15-экстрактор РЗ-ЭОА-3; 16,18,30-теплообменник; 17,23-водоотделитель; 20,26-подогреватель; 25-НДК; 27-коллектор воды; 31-вакуум-сборник; 33-эжектор; 35-бункер-накопитель; 36-насос; 37-насос, 38-вакуум.

<sup>-1-</sup>пары эфирного масла и воды; -2-дистиллят; -3-эфирное масло сырец; -4-масло-сырец отстоянное; -5-клеточный сок и пары воды; -6- пар; -7-вода холодная; -9-эфирное масло высушенное; -10-эфирное масло на повторную сушку; -11-эфирное масло отфильтрованное; -12- эфирное масло на фасовку; -13-концентрат; -14-концентран на фасовку; -15-мисцелла; -16- мисцелла отфильтрованная; -17-дефлегмация; -18-растворитель; -19-вода горячая; -20-подогретый растворитель; -21-пары растворителя и воды; -23-растворитель с водой; -25-конденсат; -26-мисцелла упаренная; -28-вакуум; -29-атмосфера; -30-конкрет; -31-отходы; -32-водно-спиртовый раствор

Отходы, выгружаемые из экстрактора, отжимаются в выгрузном шнеке экстрактора. Отжатая мисцелла сливается в отстойник (21), отходы с оставшимся растворителем сбрасываются в испаритель экстрактора. Регенерация растворителя из отходов производится перегонкой с водяным паром, который подается через ряд форсунок в нижнюю часть испарителя.

Пары воды и растворителя конденсируются и охлаждаются в теплообменнике (16) и в виде конденсата поступают в водоотделитель (17) и направляется в емкость (19). Отходы транспортируются в бункер-накопитель и по мере заполнения бункера отходами производят их выгрузку в транспортное средство.

Мисцелла из сборника (24) насосом (36) подается через керамический фильтр тонкой очистки (9) и на пленочный дистиллятор НДК (25), обогреваемый горячей водой в водоподогревателе (26) до температуры 83-90  $^{0}$ С из коллектора воды (27).

Поток паров растворителя делится на две части, одна из них направляется в экстрактор, другая — в теплообменник (18), из которого растворитель возвращается в оборотную емкость (19). Мисцелла упаривается до концентрации 80 - 90 % и насосом (26) периодически перекачивается в сборник концентрированной мисцеллы (28). Вакуум-обработку концентрированной мисцеллы производят при температуре не выше 60 °C в вакуум-аппарате (29), полученный конкрет отходов фенхеля направляют на фасовку, а пары растворителя конденсируются в теплообменнике (18) и направляются в вакуумприемник (31).

Для получения водно-спиртового экстракта отходов фенхеля, отходы подаются в горизонтальный шнековый экстрактор (33). Шнек непрерывно транспортирует отходы фенхеля, которые подвергаются воздействию водно-спиртового раствора, поступающего противотоком к сырью. Водно-спиртовый экстракт отводится из отстойника, соединенного с перфорированной частью днища экстрактора, на фильтрацию и в сборник водно-спиртового экстракта (34). Далее отходы шнеком (33) транспортируются в бункер-накопитель (35) и по мере

заполнения бункера отходами производится их выгрузка в транспортное средство.

Схема комплексной переработки фенхеля обыкновенного легла в основу разработанной технологической инструкции на получение водно-спиртового экстракта отходов фенхеля (Приложение E).

#### 4.3.2 Технологическая схема комплексной переработки растений фенхеля с получением конкрета, абсолю и воска

Технологическая комплексной переработки сырья схема способом экстракции представлена на рис. 4.4. Переработка начинается с измельчения растений фенхеля на измельчителе ИТС-8 (1), далее измельченное сырье транспортером (2) подается в загрузочное устройство экстрактора РЗ-ЭОА-3 (3). Вертикальный перфорированный шнек экстрактора непрерывно транспортирует сырье внутри колонны снизу вверх к перегрузочному устройству. При этом сырье подвергается воздействию подогретого растворителя, поступающего противотоком к сырью через верхний кольцевой пояс выгрузной секции колонны из оборотной емкости (7) с помощью насоса (31) через ротаметр в подогреватель растворителя (8) до температуры 45-55 °C, которая измеряется термометром.

Для поддержания постоянного температурного уровня процесса, распределения жидких пленок растворителя и мисцеллы по всему сечению экстракционной зоны и повышения удерживающей способности мисцеллы, через нижний патрубок ввода в полый вал колонны под перья витков шнека подают пары растворителя, поступающего из дистиллятора НДК. Количество паров растворителя составляет 10-15 % от его общего расхода (технологический контроль осуществляется по избыточному давлению паров растворителя, поступающих в экстрактор, равному 0,015-0,020 МПа, измеряется нанометром).

Мисцелла отводится из отстойника (9), соединенного с перфорированной частью днища экстрактора, на фильтр грубой очистки (10), из которого насосом перекачивается через водоотделитель (11) в сборник мисцеллы (12).

Несконденсированные в экстракторе пары растворителя поступают в теплообменник (6), а после конденсации и охлаждения - в сборник (7).

Отходы, выгружаемые из экстрактора, отжимаются в выгрузном шнеке экстрактора. Отжатая мисцелла сливается в отстойник (9), отходы с оставшимся растворителем сбрасываются в испаритель экстрактора. Регенерация растворителя из отходов производится перегонкой с водяным паром, который подается через ряд форсунок в нижнюю часть испарителя. Пары воды и растворителя конденсируются и охлаждаются в теплообменнике (4) и в виде конденсата поступают в водоотделитель (5) и направляются в емкость (7). Далее отходы шнеком испарителя экстрактора транспортируются в бункер-накопитель и по мере заполнения бункера отходами производят их выгрузку в транспортное средство.

Мисцелла из сборника (12) насосом (31) подается через керамический фильтр тонкой очистки (13) на пленочный дистиллятор НДК (14), обогреваемый горячей водой в водоподогревателе (15) до температуры 83-90  $^{0}$ С из коллектора воды (16).

Поток паров растворителя делится на две части, одна из них направляется в экстрактор, другая — в теплообменник (6), из которого растворитель возвращается в оборотную емкость (7). Мисцелла упаривается до концентрации 80 - 90 % и насосом (13) периодически перекачивается в сборник концентрированной мисцеллы (17).

Вакуум-обработку концентрированной мисцеллы проводят при температуре не выше  $60~^{\circ}$ С в вакуум-аппарате (18). Полученный конкрет фенхеля направляют на получение абсолю в аппарате периодического действия. Пары растворителя конденсируются в теплообменнике (19) и направляются в вакуумприемник (20).

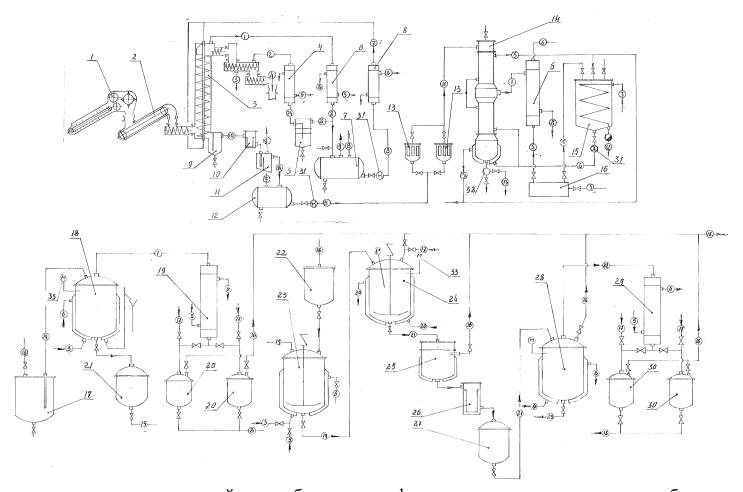
Конкрет направляется в реакционный аппарат (23), где происходит растворение 96 %-ным этиловым спиртом в соотношении 1:10 в течение 120 минут с перемешиванием при температуре 42-45 °C. Полученную массу перегружают вакуумом в кристаллизатор с мешалкой (24), в рубашке которого

циркулирует хладоноситель температурой от -14 до -17  $^{0}$ С. Кристаллизация восков (вымораживание) длится 30-60 мин при перемешивании с 10-15-минутными паузами через 20 мин. По окончании кристаллизации массу самотеком спускают на нутч-фильтр (25) с охлаждаемым хладоносителем, где при температуре кристаллизации от -14 до -17  $^{0}$ С производится фильтрация спиртовой мисцеллы абсолю под давлением 21,3-26,6 кПа, через фильтр (26) в сборник спиртовой мисцеллы (27).

Во время фильтрации следят за состоянием массы на фильтре, появляющиеся трещины необходимо замазывать с помощью лопатки во избежание потерь вакуума и спиртовой мисцеллы абсолю с восками.

Воски, выделяемые при фильтрации, растворяют в соотношении 1 кг на 4 л в 96 %-ном этиловом спирте с добавлением к нему спирта, бывшего в употреблении. Растворение восков производят не менее 3 раз.

Полученную мисцеллу, т.е. фильтрат из сборника (27) направляют в вакуум-аппарат (28), снабженный теплообменником (29) и вакуум-сборниками (30), где отгоняют этиловый спирт под давлением 5-13,3 кПа и при температуре жидкости от 42 до 44 °C в начале процесса до 58-59 °C в конце процесса. По мере отгонки спирта в аппарат догружают мисцеллу после растворения восков. Этим достигается одновременно купажирование абсолю. Полученное абсолю направляют в фасовочный цех на фасовку.



4—Технологическая схема комплексной переработки сырья фенхеля с получением конкрета, абсолю и воска: 1-измельчитель; 2-транспортер; 3-экстрактор РЗ-ЭОА-3; 4,6,19,29—теплообменник; 5,11-водоотделитель; 7,9,12,17,21,22,27-сборник; 8,15-подогреватель;

10,13,25,26-фильтр; 14-НДК; 16-коллектор; 18,28-вакуум-аппарат; 20,30-вакуум-сборник; 23-реакционный аппарат; 24-кристаллизатор; 31-насос; 32-насос -1-пары растворителя; -2- пары растворителя и воды; -3-пар; -4-отходы; -5вода холодная; -6- вода горячая; -7-растворитель подогретый; -8-растворитель -9-дефлегмация; -10-мисцелла; -11-мисцелла отфильтрованная; -12- конденсат; -13- мисцелла упаренная; -14-мисцелла упаренная после отстоя; -15-конкрет; -16-вакуум; -17-атмосфера; -18-этиловый спирт; -19-раствор конкрета в спирте; -20-хладоноситель; -21-мисцелла спиртовая; -22-пары спирта; -23-абсолю; -24-растворитель с водой

Схема комплексной переработки фенхеля обыкновенного легла в основу разработанной технологической инструкции на получение конкрета фенхеля (Приложение В).

Предложенная технология комплексной переработки целых растений фенхеля обыкновенного внедрена в сентябре-октябре 2013 г. на ООО «ТРИА» (акт внедрения представлен в приложении И).

Разработанная схема переработки растений фенхеля позволяет расширить ассортимент готовой продукции (эфирное масла, натуральная душистая вода, концентрат фенхеля, водно-спиртовый экстракт, конкрет отходов фенхеля, конкрет, абсолю, воск) за счет рационального использования сырья.

Ниже в таблице 4.2 и 4.3 приведены характеристики готовых продуктов, полученных в оптимальных условиях при переработке фенхеля обыкновенного.

Таблица 4.2 – Органолептические и физико-химические показатели качества эфирного масла, конкрета и абсолю

Показатели	Полученные продукты					
	Эфирное масло	Конкрет	Абсолю			
Внешний вид	Легкоподвижная	Густая	Подвижная			
	прозрачная	мазеобразная	прозрачная			
	жидкость	масса	жидкость			
Цвет	От бесцветного	Темно-зеленый с	Зеленовато-			
	до желто-	бурым оттенком	коричневый			
	зеленого цвета					
Запах	Характерный для	Растений фенхеля	Растений фенхеля			
	свежих растений	с медовым	с медовым			
	фенхеля	оттенком	оттенком			
Относительная	0,960-0,970	0,965-0,975	0,970-0,985			
плотность при 20 °C						
Показатель	1,5100-1,5110	1,5260-1,5265	1,5290-1,5300			
преломления при						
20 °C						
Кислотное число,	2,3-3,0	4,1-5,0	13-15			
мг КОН/г						
Массовая доля	60,0-75,0	70,0-80,0	65,0-75,0			
анетола, %,						
Массовая доля	4,8-6,0	5,6-8,0	8,0-10,0			
фенхона, %						

Таблица 4.3 – Физико-химические и органолептические показатели натуральной душистой воды, концентрата, водно-спиртового экстракта, конкрета отходов и воска

Показатели	Полученные продукты					
	Натуральная	Концентрат	Водно-	Конкрет	Воск	
	душистая	фенхеля	спиртовый	отходов	фенхеля	
	вода фенхеля		экстракт	фенхеля		
Внешний вид	Подвижная	Вязкая	Прозрачная	Густая	Мазе-	
	мутноватая	темно-	жидкость	мазеобра-	образная	
	жидкость	коричневая		зная масса	масса	
		жидкость				
Цвет	Бесцветного	Темно-	Светло-	Темно-	Белого с	
		коричневого	желтого	зеленого с	кремовым	
				бурым	оттенком	
				оттенком		
Запах	Нежный,	Растений	Приятный,	Сухого сена	Слабый	
	характерный	фенхеля	характерный	с медовым	запах	
	для свежих		для растений	оттенком	растений	
	растений		фенхеля		фенхеля	
Массовая доля	70,0	50,0	5,0	45,0	-	
анетола, %, не						
менее						
Массовая доля	10,0	5,0	1,0	10,0	-	
фенхона, %, не						
более						

Примечание: знак «-» обозначает показатель не определялся.

# 4.4 Расчет экономической эффективности от внедрения в производство комплексной технологии переработки растений фенхеля

Предлагаемая технология переработки фенхеля обыкновенного является комплексной и предлагает использование свежесрезанного сырья. По существующей технологии фенхель перерабатывают с получением только эфирного масла.

Исходные данные для расчета экономической эффективности приведены в таблице 4.4.

Таблица 4.4 – Исходные данные для расчета экономической эффективности

Наименование показателя	Технология			
	существующая	предлагаемая		
Количество переработанного сырья, т/год	100	100		
Выход:	l l			
Эфирного масла, % на сырую массу	0,68	0,86		
Натуральной душистой воды, % на сырую массу	75,33	75,15		
Водно-спиртового экстракта отходов фенхеля, % на сырую массу	-	2,90		
Массовая доля экстрактивных веществ в экстракте, % к массе экстракта	-	9,17		
Массовая доля конкрета, % на сырую массу	-	0,78		
Массовая доля абсолю, % на сырую массу	-	0,56		
Массовая доля воска, % на сырую массу	-	0,08		
Расход тепловой энергии (пара)	на получение (Гк	,		
Эфирного масла	0,95	0,9		
Натуральной душистой воды	-	-		
Концентрата	-	0,28		
Водно-спиртового экстракта	-	0,17		
Конкрета	-	0,27		
Абсолю	-	0,16		
Воска	-	0,12		
Расход электроэнергии на г	олучение (кВт/кг	):		
Эфирного масла	5,8	5,75		
Натуральной душистой воды	-	-		
Концентрата	-	20,5		
Водно-спиртового экстракта	-	8,5		
Конкрета	-	20,02		
Абсолю	-	1,4		
Воска	-	8,5		
Расход нефраса на г	олучение (кг/кг):			
Конкрета	-	3,33		
Расход этилового спирта	а на получение (кг	у/кг):		
Водно-спиртового экстракта	_	2,21		
Абсолю	-	10,70		

По предлагаемой технологии переработки фенхеля обыкновенного возможно получать новые виды продукции для парфюмерно-косметической и фармацевтической промышленности. В связи с этим для расчета экономической эффективности производства использовались рекомендации комплексной оценки эффективности мероприятий по выпуску новой продукции [69].

Определение экономической эффективности рассчитали по формуле:

$$\mathfrak{I} = P \cdot 3 \tag{4.1}$$

Где Р — стоимостная оценка результатов производства, тыс. руб.;

3 — стоимостная оценка затрат на производство, тыс. руб.

Для расчета все величины приводили к единому промежутку времени – расчетному году с помощью коэффициентов приведения α.

Расчет себестоимости готовых продуктов приведен в таблице 4.5 и 4.6. При переработке предприятием 100 т (по 50 т на каждую технологию комплексной переработки) свежесрезанного сырья по предлагаемой технологии при рентабельности продукции 30,0 % полная себестоимость годового выпуска продукции составит 5023,39 тыс. руб., выручка от реализации 8673,6 тыс. руб., годовая сумма прибыли 3650,2 тыс. руб. (табл. 4.7).

Расчет экономического эффекта приведен в таблице 4.8.

Таблица 4.5 — Себестоимость продуктов, полученных при комплексной переработке фенхеля дистилляционным способом

Статьи затрат	Сумма затрат на единицу, руб.				
	Эфирное	Эфирное Натуральная Концентрат			
	масло	душистая		спиртовый	
		вода		экстракт	
1	2	3	4	5	
Сырье и основные материалы за	258,4	17,1	14,82	8,36	
вычетом побочной продукции и					
возвратных отходов					
Вспомогательные и	42,94	23,94	61,94	82,92	
тароупаковочные материалы					

Продолж. табл. 4.5

1	2	3	4	5
Топливо и энергия на	107,16	11,78	75,73	145,92
технологические цели				
Затраты на оплату труда	62,32	6,08	45,98	59,66
производственных рабочих				
Отчисления на социальные	4,18	3,04	1,9	3,42
нужды				
Условно-постоянные расходы	267,52	42,18	131,1	245,67
Полная себестоимость	742,52	104,12	331,47	545,95

Таблица 4.6 – Себестоимость продуктов, полученных при комплексной переработке фенхеля экстракционным способом

Статьи затрат	Сумма затрат на единицу продукции,			
	руб.			
	Конкрет	Абсолю	Воска	
1	2	3	4	
Сырье и основные материалы за	246,54	400,14	122,74	
вычетом побочной продукции и				
возвратных отходов				
Вспомогательные и тароупаковочные	135,28	115,44	117,04	
материалы				
Топливо и энергия на технологические	110,58	115,52	185,82	
цели				
Затраты на оплату труда	57,76	60,04	71,82	
производственных рабочих				
Отчисления на социальные нужды	0,76	9,5	12,54	
Условно-постоянные расходы	367,08	467,10	345,04	
Полная себестоимость	918,0	1167,74	855,0	

Таблица 4.7 – Расчет прибыли на годовой объем производства

Наименован	Годовой	Себестоимость		Прибыль		Выручка от	
ие продукта	выпуск,					реал	изации
	КГ					(оптон	вая цена)
		1 кг,	годового	1 кг,	годового	1 кг,	годового
		руб.	выпуска,	руб.	выпуска,	руб.	выпуска,
			тыс. руб.		тыс. руб.		тыс. руб.
1	2	3	4	5	6	7	8
Эфирное	430	742,52	319,28	321,48	138,24	1064,0	457,52
масло							
Душистая	37575	104,12	3912,31	85,88	3226,94	190,0	7139,25
вода							

Продолж. табл.4.7

						1 - 7 - 7	
1	2	3	4	5	6	7	8
Водно-	133	545,95	72,61	329,05	43,76	875,0	116,38
спиртовый							
экстракт							
Конкрет	390	918,0	358,02	297,00	115,83	1215,0	473,85
Абсолю	280	1167,74	326,97	407,26	114,03	1575,0	441,0
Воска	40	855,0	34,2	285,0	11,4	1140,0	45,6
Итого:	-	-	5023,39	-	3650,2	-	8673,6

Таблица 4.8 – Экономический эффект от переработки фенхеля обыкновенного

Год	Коэф-	Стоимо	остная	Стоим	остная ог	ценка затр	at $(3_m)$ ,	Экономи-	
расчет	фици-	оцеі	нка		тыс. руб				
-ного	ент	результа	гов $(P_m)$ ,					эффект	
перио	при-	тыс.	руб					(Эm), тыс.	
да	вед-	в год	с учетом	Едино-	Теку-	ИТО	ОГО	руб	
	ения		фактора	времен-	щие	в год	с учетом		
	$\alpha_{\mathrm{m}}$		времени	ные			фактора		
							времени		
1	1,1000	-	-	5500,00	-	5500,0	6050,0	-6050,0	
2	1,0000	8673,6	8673,6		5023,39	5500,0	5500,0	3173,6	
3	0,9091	8673,6	7885,17		5023,39	5500,0	5000,05	2885,12	
4	0,8264	8673,6	7167,86		5023,39	5500,0	4545,2	2622,66	
5	0,7513	8673,6	6516,48		5023,39	5500,0	4132,15	2385,33	
6	0,6830	8673,6	5924,07		5023,39	5500,0	3756,5	2167,57	
7	0,6209	8673,6	5385,44		5023,393	5500,0	3414,95	1970,49	
Итого		52041,6	41552,62		30140,34	38500,0	32398,8	9154,77	

Экономический доход на один год составил 1307,8 тыс. руб. по ценам 2013 г.

Расчет себестоимости эфирного масла, полученного при существующей технологии переработки фенхеля обыкновенного, приведен в таблице 4.9.

Таблица 4.9 — Себестоимость эфирного масла, полученного по существующей технологии

Статьи затрат	Сумма затрат на 1 кг, руб.
1	2
Сырье и основные материалы за вычетом	326,8
побочной продукции и возвратных отходов	
Вспомогательные и тароупаковочные	54,34
материалы	

Продолж. табл. 4.9

1	2
Топливо и энергия на технологические цели	135,51
Затраты на оплату труда производственных	78,81
рабочих	
Отчисления на социальные нужды	5,28
Условно-постоянные расходы	338,31
Полная себестоимость	939,05

В процессе переработки 100 т сырья фенхеля обыкновенного по существующей технологии при рентабельности продукции 30,0 % полная себестоимость составит 63,86 тыс. руб, оптовая цена — 83,02 тыс. руб, годовая сумма прибыли 19,16 тыс. руб.

Расчет экономической эффективности предлагаемой технологии комплексной переработки фенхеля обыкновенного сорта Мэрцишор в условиях предгорной зоне Крыма установил, что:

- экономический доход на один год составил 1307,8 тыс. руб. по ценам 2013 г.;
- $\bullet$  срок возврата капитальных затрат по существующей технологии 7 лет, а по предлагаемой 2,5 года;
- дополнительная годовая сумма прибыли составила 3631,04 тыс. руб. (3650,2 19,16 тыс. руб.) по сравнению с прибылью, полученной при переработке сырья по существующей технологии, за счет реализации новых натуральных продуктов;
- предложенная технология комплексной переработки сырья фенхеля обыкновенного с получением натуральных целевых продуктов является прибыльной и экономически выгодной.

#### ВЫВОДЫ

- 1. Экспериментально установлено, что количество эфирного масла фенхеля обыкновенного сорта Мэрцишор, выращенных в условиях предгорной зоны Крыма изменяется в зависимости от фазы вегетации, минимальное его количество отмечено в фазу бутонизации 3,54 %, а максимальное в фазу молочновосковой зрелости плодов на центральном зонтике 5,3 %.
- 2. Результаты анализов показывают, что для промышленной переработки необходимо использовать свежеубранную надземную часть растений фенхеля срезанных на высоте 50 см от поверхности почвы в фазу молочно-восковой зрелости плодов на центральном зонтике.
- 3. В процессе изучения кинетических кривых дистилляции и экстракции растений фенхеля определена оптимальная продолжительность извлечения эфирного масла и абсолю в течение 120 минут, а для извлечения конкрета 150 минут. Варьированием параметров дистилляции найден эффективный ступенчатый режим извлечения эфирного масла, в начале скорость гонки составляет 1,8 кг/кг·ч, а через 20 минут скорость уменьшают до 0,5 кг/кг·ч до полного окончания процесса.
- 4. В результате экспериментальных исследований установлены оптимальные параметры процесса экстракции отходов фенхеля водно-спиртовым раствором. Для полного извлечения экстрактивных веществ целесообразно проводить экстрагирование в течение 120 минут, содержание этилового спирта в водноспиртовом растворе 60 %, температура процесса 20 °C, количество ступеней экстракции 1, соотношение фаз (сырье растворитель) равное 1:10.
- 5. Исследованиями доказано, что натуральная душистая вода и концентрат фенхеля содержат основной компонент анетол (87,68 и 65,23 %) и биологически активные вещества (сапонины (7,3 и 8,6 %), флавоноиды (1,3 и 1,5 %), дубильные вещества (0,9 и 0,6 %) и аскорбиновую кислоту (0,05 и 0,8 мг %)).
- 6. Впервые получен водно-спиртовый экстракт отходов фенхеля обыкновенного сорта Мэрцишор. В результате экспериментов, установлены основные компоненты экстракта: камфен (41,75 %), лимонен (38,66 %), α-пинен

- (10,19%), анетол (7,15%) и биологически активные вещества: сапонины (13,3%), флавоноиды (8,1%), дубильные вещества (1,2%) и аскорбиновая кислота (0,1%).
- 7. Впервые получен воск белого цвета со слегка кремовым оттенком из целых растений фенхеля обыкновенного сорта Мэрцишор, выход его составил 14,96 %.
- 8. Разработанная технология комплексной переработки фенхеля обыкновенного включает два направления. По первому, проводим процесс дистилляции эфирного масла и процессы экстракции отходов фенхеля водноспиртовыми растворами и нефрасом, а также доведение до товарной продукции дистилляционной воды и концентрата фенхеля. По второму, процесс экстракции с получением конкрета, абсолю и воска фенхеля обыкновенного.
- 9. В результате технологии комплексной переработки сырья фенхеля обыкновенного рационально используется ценный растительный материал, а продукты содержат целый ряд биологически активных веществ. Технология внедрена в 2013 г. на ООО «ТРИА». Разработана нормативная документация. Проведена оценка экономической эффективности. Годовой экономический доход от переработки 100 тонн сырья фенхеля составил 1307,8 тыс. руб., срок окупаемости 2,5 года.

#### РЕКОМЕНДАЦИИ ПРОИЗВОДСТВУ

На основании результатов проведенных исследований при технологии комплексной переработки фенхеля обыкновенного сорта Мэрцишор рекомендуем:

- 1. Использовать всю надземную часть растения фенхеля срезанного на высоте 50 см от поверхности почвы в фазу молочно-восковой зрелости плодов на центральном зонтике, согласно проекту Национального стандарта Украины на промышленное сырье фенхеля обыкновенного.
- 2. Перерабатывать сырье фенхеля обыкновенного только в свежесрезанном состоянии.
- 3. Процесс дистилляции сырья фенхеля проводить в течение 120 минут, процесс экстракции нефрасом 150 минут.
- 4. Процесс экстракции водно-спиртовыми растворами проводить 120 минут, содержание этилового спирта в водно-спиртовом растворе 60 %, температура процесса  $20 \, ^{0}$ С, количество ступеней экстракции 1, соотношение фаз (сырье растворитель) равное 1:10.
  - 5. Взять за основу разработанную нормативно-техническую документацию:
  - ТУ У 24.6-3081414841.001:2013 Конкрет отходов фенхеля,
  - ТУ У 24.6-3081414841.002:2013 Водно-спиртовый экстракт фенхеля,
  - ТУ У 24.6-3081414841.003:2013 Воск фенхеля обыкновенного,
- ТИ 24.6-3081414841.001:2013 Технологическая инструкция по производству водно-спиртового экстракта фенхеля,
- ТИ 24.6-3081414841.002:2013 Технологическая инструкция по производству конкрета фенхеля обыкновенного.

### СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1 Агроклиматический справочник по Крымской области. – Л.: Гидрометеоиздат, 1959. – 136 с.

2 Агрокліматичний довідник агронома / За ред. Т.К. Богатиря. — К.: Урожай, 1964. — 160 с.

3 Аксельруд Г.А. Экстрагирование (система твердое тело — жидкость) / Г.А. Аксельруд, В.М. Лысянский.- Л.: Химия, 1974.- 256 с.

4 Антимикробное действие эфирных масел, выделенных из растений / В.И. Тютюник, Н.Г. Пономарева, Ю.С. Кривошин, А.И. Ромаскевич // Труды ВНИИ эфиромасличных культур.- Симферополь: т.10, 1977. —С.27-32.

5 Аринштейн А.И. Новые эфиромасличные растения, перспективные для введения в культуру в Крыму / А. И. Аринштейн, Н. М. Радченко // Растительные ресурсы.—1978.- Т.14, вып. 1.- С.20-30.

6 Атлас ареалов и ресурсов лекарственных растений СССР. — М.: Изд-во ГУГК, 1980. -340 с.

7 Баранова Ю.С. Особенности антимикробной активности эфирных масел растений родов монарда, мята и фенхель / Ю.С. Баранова, И.Г. Капелев // Восьмое совещание по проблемам фитонцидов (Киев, 16-18 октября.1979): тезисы докладов.- К., 1979. - С.46.

8 Билаш В. Н. Опыт выращивания фенхеля и получение из него эфирного масла в условиях Черниговской области / В.Н. Билаш, В.А. Арутин, И.П. Дяченко.- М: ЦНИИТЭИПищепром НТРС.- 1979.- №3, сер. 8 Парфюмерно-косметическая и эфиромасличная промышленность. — С.6-9.

9 Биологически активные вещества лекарственных растений / ред. В.П. Георгиевский. – Новосибирск: Наука, 1990. – 336 с.

10 Біленко В. Г. Вирощування лікарських рослин та використання їх у медичній і ветеринарній практиці: довідник. - К.: Арістей, 2004.- 304 с.

11 Ботаника / ред. А. К. Тимонин, И. И. Сидорова. — М.: Изд. центр Академия, 2007. — Т. 3. — 352с.

- 12 Ботанико фармакогностический словарь / К.Ф. Блинова, Н.А. Борисова, Г.Я. Гортинский; ред. К.Ф. Блинова, Г.П. Яковлев. М.: Высшая школа, 1990.-272 с.
- 13 Вайнштейн В.А. Двухфазная экстракция в получении лекарственных и косметических средств / В.А. Вайнштейн, И.Е. Каухова. СПб.: Проспект Науки, 2010. 104 с.
- 14 Васильев А.В. Лекарственные растения России неиссякаемый источник для создания новых высокоэффективных лечебно-профилактических препаратов и биологически активных пищевых добавок /А.В. Васильев, Т.П. Полоз, Н.Н. Соколов // Вопросы медицинской химии. 2000. -№2. С. 20-28.
- 15 Васюта Т.Г. Разработка технических условий на сырье целых растений фенхеля / Т.Г. Васюта, Л.В. Коваленко, О. Н. Спода // Труды ВНИИ эфиромасличных культур.- Симферополь, 1986.-Т. 17. —С.202-206.
- 16 Виноградов В. М. Лекарственные растения в лечении заболеваний органов пищеварения / В.М. Виноградов, В.К. Мартынов, В.В. Чернакова. Л.: Знание,1991.-35с.
- 17 Войткевич С.А. 865 душистых веществ для парфюмерии и бытовой химии. М.: Пищевая промышленность, 1994. 594 с.
- 18 Войткевич С.А. Эфирные масла для парфюмерии и ароматерапии / С.А. Войткевич. М.: Пищевая промышленность, 1999. 282 с.
- 19 Гаммерман А.Ф. Лекарственные растения (растения-целители): справочное пособие / А.Ф. Гаммерман, Г.Н. Кадаев, А.А. Яцена и др. -4-е изд., испр. и доп.-М.: Высшая школа,1990.-544с.
- 20 Гватуа Е.Б. О фазах уборки и переработки фенхеля целыми растениями / Е.Б. Гватуа, Ф.С. Танасиенко, М.Ш. Джашнашвили // Материалы Республиканской научно-техничнской конференции.-Тбилиси,1982.- Т.14.— С.165-172.
- 21 Гватуа Е.Б. Получение эфирного масла из целых растений фенхеля паровой перегонкой в контейнера/Е.Б. Гватуа, Ф.С. Танасиенко // Труды ВНИИ эфиромасличных культур.- Симферополь, 1983.-Т.15 С.146-149.

- 22 Гончарова Т.А. Энциклопедия лекарственных растений. М.: Дом МСП, 1997. 824 с.
- 23 Горяев М.И. Методы исследования эфирных масел / М.И. Горяев, И. Плива.- Алма-Ата: Издательство АН Казахской ССР, 1962.—752с.
- 24 ГОСТ 14618.10-78 Масла эфирные, вещества душистые и полупродукты их синтеза. Методы определения плотности и показателя преломления. М.:ИПК Изд-во стандартов, 1978.- 6 с.
- 25 ГОСТ 14618.5-78 Масла эфирные, вещества душистые и полупродукты их синтеза. Газохроматографический метод анализа. М.:ИПК Изд-во стандартов, 1978.-8 с.
- 26 ГОСТ 17082.1-93 Плоды эфиромасличных культур для промышленной переработки. Прием и метод отбора проб.— М.:ИПК Изд-во стандартов, 1993.- 16 с.
- 27 ГОСТ 17082.3-78 Плоды эфиромасличных культур. Промышленное сырье. Методы определения содержания эфирного масла.— М.: Издательство стандартов, 1978.-10 с.
- 28 ГОСТ 17768-90 Средства лекарственные. Упаковка, маркировка, транспортирование и хранение. М.: ИПК Изд-во стандартов, 1991.-11с.
- 29 ГОСТ 28605-90 Сырье эфиромасличное цветочно-травянистое. Методы отбора проб. –М.:Стандартинформ, 2005.- 7с.
- 30 ГОСТ 28605-90 Сырье эфиромасличное цветочно-травянистое. Методы отбора проб М.: Стандартинформ, 2005. 7 с.
- 31 ГОСТ 28606 90 Сырье эфиромасличное цветочно-травянистое. Методы определения влаги. М.:Стандартинформ,2005.- 4c.
- 32 ГОСТ 9069-73 Масла эфирные, вещества душистые и полупродукты их синтеза, косметическое сырье. Упаковка, маркировка, транспортирование и хранение.— М.:ИПК Изд-во стандартов,1999. 7с.
- 33 Государственная фармакопея СССР. Вып.1 Общие методы анализа / М3 СССР. -11-е изд., доп. -М.: Медицина, 1987. -336 с.

- 34 Государственная фармакопея СССР. Вып.2 Общие методы анализа. Лекарственное растительное сырье / МЗ СССР. 11-е изд., доп.-М.: Медицина,1990.- 400с.
- 35 Грачев Ю.П. Математические методы планирования экспериментов. М.: Пищ. пром-стъ, 1979. 200 с.
- 36 Гродзинський А.М. Лікарські рослини.- К.: Вид-во Українська радянська енциклопедія, 1992. 542c.
- 37 Декадный агрометеорологический бюллетень / Крымский центр по гидрометеорологии. –Симферополь, 2011-2013.
- 38 Державна фармакопея України. Доповнення 2. Харків: ДП Науково експертний фармакологічний центр, 2008. 620с.
- 39 Державний реєстр сортів рослин, придатний для поширення в Україні К., 2012.—491 с.
- 40 Димов Х.Г. Экстрагирование лекарственных растений при повышенной температуре / Х.Г. Димов, В.Д. Пономарев // Фармация.—1976.- №6.- С. 57-59.
- 41 Дмитрик П.М. Вплив способів сівби на продуктивність фенхелю звичайного в умовах Прикарпаття / П.М. Дмитрик , І.М. Ковтуник І / Збірник наукових праць ПДАТА.- К. Подільський, 2003. С. 119-121.
- 42 ДСТУ 2727-94 (ГОСТ 30144-94) Олії ефірні та продукти ефіроолійного виробництва. Метод визначення ефірного числа. [Чинний від 01-01-1996] К.: Держспоживстандарт, 1994.- 12 с.
- 43 ДСТУ 2728-94 (ГОСТ 30143-94) Олії ефірні та продукти ефіроолійного виробництва. Метод визначення кислотного числа. [Чинний від 01-01-1996] К.: Держспоживстандарт, 1994.- 24 с.
- 44 ДСТУ 2729-94 (ГОСТ 30145-94) Масла эфирные и продукты эфиромасличного производства. Правила приемки, отбор проб и методы органолептических испытаний. [Чинний від 1996-01-01] К.: Держспоживстандарт, 1994.- 26 с.

- 45 ДСТУ 2766-94 (ГОСТ 17082.2-95) Плоди ефіроолійних культур для промислової переробки. Метод визначення вологості. -[Чинний від 1996-07-01] К.: Держспоживстандарт, 1994.- 18 с.
- 46 ДСТУ 3697-98 (ГОСТ 30588-98) (ISO 592:1981) Олії ефірні. Визначення оптичної активності.- [Чинний від 1999-07-01] К.: Держспоживстандарт, 1999. 33 с.
- 47 ДСТУ 4221:2003 Спирт етиловий ректифікований. Технічні умови.— К.:Держспоживстандарт, 2004. — 14 с.
- 48 ДСТУ ISO 279 2002 Олії ефірні. Визначання відносної густини за температури  $20^{0}$ С.Контрольний метод. [Чинний від 2003-07-01].—К.: Держспоживстандарт, 2003. 4с .
- 49 ДСТУ ISO 280 2002 Олії ефірні Визначання показника заломлення. [Чинний від 01.10.2003]. –К.: Держспоживстандарт, 2003.–4с.
- 50 ДСТУ ISO 356 2002 Олії ефірні. Підготування проб до випробовування. [Чинний від 01.07.2003] –К.: Держспоживстандарт, 2003. 6 с.
- 51 ДСТУ ISO 875 2002 Олії ефірні. Оцінення змішуваності з етанолом.-[Чинний від 01.10.2003]. –К.: Держспоживстандарт, 2003. — 4 с.
- 52 ДСТУ ГОСТ 9293:2009 (ИСО 2435-73) Азот газоподібний і рідкий. Технічні умови. [Чинний від 01-12-2009] К.: Держспоживстандарт, 2009.- 14 с.
- 53 ДСТУ Сировина фенхелю для промислового перероблення. Технічні умови (Проект, перша редакція) К.: Мінекономрозвитку України, 2013. 19 с.
- 54 Дудченко Л. Г. Пряно-ароматические и пряно-вкусовые растения / Л.Г. Дудченко , А.С. Козьяков , В.В. Кривенко .— К.: Наукова думка, 1989. 304 с.
- 55 Жарінов В. І. Вирощування лікарських, ефірно-олійних пряно-смакових рослин: навч. посібник / В.І. Жарінов, А.І. Остапенко . К.: Вища школа, 1994. 234 с.
- 56 Изменение содержания и состава эфиромасличного масла фенхеля обыкновенного по фазам вегетации/ Ю.А. Акимов, С.В. Баранова, И.Г. Капелев, Р.Л. Дороховская // Бюллетень ГНБС-Крым, Ялта, 1983.-Вып. 52.- С. 90-93.

- 57 Изучение эфирного масла фенхеля лекарственного методом капиллярной хроматографии / В.Н. Пауков, Б.И. Иванова, Т.А. Шаворская и др. // Химия и технология эфирных масел и душистых веществ. Международный конгресс по эфирным маслам. Тбилиси,1968.- Т.1.- С.255-265.
- 58 Исаева Е.В. Состав, свойства и переработка отходов вегетативной части тополя после извлечения экстрактивных веществ / Е.В. Исаева, Т.В. Рязанова // Химия растительного сырья. Барнаул, 2012.- №3. С.59-65.
- 59 Исследование сверхкритической технологии и фракционирования липофильных извлечений из природного ароматического сырья / А.Н. Александров, В.И. Ткаченко, А.В. Улесов и др. // Экотехнологии и ресурсосбережение. 2008.- №2.- С. 57-66.
- 60 К вопросу об утилизации растительных отходов в фитохимическом производстве / В.М. Мулевич, К.Я. Розе // Лекарственное растениеводство. 1981.-Вып.1. С.9-13.
- 61 Капелев И.Г. Некоторые итоги интродукции фенхеля в Никитском ботаническом саду // Растительные ресурсы.-М.- 1980.-Т.16-№4. —С.541-546.
- 62 Капелев И.Г. Пряноароматические растения / И.Г. Капелев ,В.И. Машанов.- Симферополь: Таврия, 1973. 96 с.
- 63 Касимовская Н.Н. Резервы увеличения производства фенхелевого эфирного масла / Н.Н. Касимовская, Д.Я. Редька, Д.Ф. Шкурат. М.: ЦНИИТЭИПищепром.- Вып. 2, сер. Парфюмерно-косметическая промышленность.- 1970.- С.17-23
- 64 Касимовская Н.Н. Содержание и состав эфирного масла в частях растений фенхеля / Н.Н. Касимовская, Д.Я. Редька, Д.Ф. Шкурат // Труды ВНИИ эфиромасличных культур.- Симферополь, 1971.-Т.4-№2.—С.28-32.
- 65 Кащенко Г.Ф.Переработка фенхеля целыми растениями / Г.Ф. Кащенко, В.А. Фабрикантова, Ю.А. Акимов.-М.: ЦНИИТЭИПищепром НТРС.-1976.- №4, сер.8 Парфюмерно-косметичеческая и эфиромасличная промышленность. С.11-13.

66 Кобзар А. Я. Фармакогнозія в медицині: навч. посібник. – К.: Медицина, 2007. – 544 с.

67 Коваленко Л.В. Об опыте экстракции растений фенхеля / Л.В. Коваленко, Т.И. Дегерменджиева // Труды ВНИИ эфиромасличных культур.-Симферополь.- 1988. — Т.19.- С.176-180.

68 Коваленко Л.В. Рациональная технология переработки фенхеля / Л.В. Коваленко, А.П. Шляпникова, М.М. Журбенко. — М.: Пищ.пром-сть, 1991.-Вып. 4—24 с.

69 Комплексная оценка эффективности мероприятий, направленных на ускорение НТП—М., 1989.-120с.

70 Костин В.Н. Статистические методы и модели: учебное пособие / В.Н. Костин , Н.А. Тишина. —Оренбург: ГОУ ОГУ, 2004.-138 с.

71 Кравец Т.И. Определение содержания анетола в анисовом и фенхелевом маслах / Т.И. Кравец, К.Г. Персидская, А.Н. Карпачёва, Л.М. Москаленко // Труды ВНИИ эфиромасличных культур.- Симферополь, 1971. Т.4-№2.—С.19-24.

72 Кьосев П.А. Полный справочник лекарственных растений. – М.:ЭКСМО-Пресс, 2000.-992 с.

73 Лабораторный практикум по технологии производства растительных масел/ В.М. Копейковский, А.К. Мосян, Л.А. Мхитарьянц, В.Е. Тарасов.-М.: Агропромиздат, 1990. -191с.

74 Ладыгина Е.Я. Химический анализ лекарственных растений / Е.Я. Ладыгина, Л.Н. Сафронич, В.Э Отряшенникова . –М.: Высшая школа, 1983.—176с.

75 Лекарственные растения Государственной фармакопеи. Фармакогнозия / ред. И.А. Самылина, В. А. Северцов .-М.: АНМИ, 2003.-534с.

76 Лекарственные растения и лекарственное растительное сырье, содержащее эфирные масла и горечи : учебно-методическое пособие / Н.В. Иващенко, И.А. Самылина, О.В. Нестерова и др. - М.: Чародей, 2001.— 83 с.

77 Лекарственные растения Украины / Д.С. Ивашин, З.Ф. Катина, И.З. Рыбачук . -К.: Урожай, 1978.—320 с.

- 78 Лекарственные растения Украины. Заготовка, воспроизводство, применение / А.К. Бондаренко, В.Г. Чуб, Б.С. Бондаренко, О.А. Овдиенко.-К.,1992.-262 с.
- 79 Лещук Т. Я. Агротехника основных эфиромасличных культур. М.: ОГИЗ Сельхозгиз, 1948. 319 с.
- 80 Лікарські рослини: енциклопедичний довідник / ред. А. М. Гродзінський. К.: Вид-во Українська Радянська Енциклопедія ім. М. П. Бажана, 1992. 544 с.
- 81 Лукьянов И.А. Накопление и изменение эфирного масла в кориандре в процессе онтогенеза / И.А. Лукьянов, М.М. Берестовая // Труды ВНИИ эфиромасличных культур. Симферополь, 1971.-Т.4.- Вып.2 С.5-12.
- 82 Масличные и эфиромасличные культуры / ред. Г.А. Сарнецкий. К.: Урожай, 1983. С.85-91.
- 83 Машанов В. И. Пряноароматические растения / В.И. Машанов, А.А. Покровский. М.: Агропромиздат, 1991. 287 с.
- 84 Методы биохимического исследования растений / А.И. Ермаков, В.В. Арасимович, И.Л. Ярош и др.; ред. А.И. Ермаков. -3-е изд., перераб. и доп. Л.: Агропромиздат, 1987- -430 с.
- 85 Моно- та біциклічні монотерпеноїди ефірної олії Ptarmica speciosa DC / О.А. Кисличенко, А.М. Ковальов, А.М. Комісаренко, С.М. Комісаренко // Вісник фармації. 2007. №3(51). С. 18-20.
- 86 Морфологические компоненты фенхеля как эфиромасличное сырье / Н. Рошка, Г. Мустяцэ , Н. Баранова, Т. Железняк // Вісник Київ. нац. ун-та ім. Т. Шевченка.-К., 2009.-Т.29.-С. 138-141.
- 87 Муравьев И.А. Комплексное использование лекарственного растительного сырья в производстве // Ресурсы дикорастущих лекарственных растений СССР: сб.трудов ВИЛР.—М., 1975.—Вып.3.- С. 46-48.
- 88 Муравьева Д.А. Фармакогнозия с основами биохимии лекарственных растений –М.: Медицина, 1978.—655с.
- 89 Назаренко Л.Г. Эфиромасличные, пряно-ароматические и лекарственные растения / Л.Г. Назаренко, Л.А. Бугаенко. Симферополь: Таврия, 2003.—202 с.

- 90 Натуральные ингредиенты растительного происхождения для косметических применений: обзор патентов // SOFT-Journal (русская версия).-2002.- №3.—С.28-33.
- 91 Научные основы комплексной переработки амаранта/В.Ф. Миронов С.Т. Минзанова, О.В. Цепаева и др. // Химия и технология растительных веществ: тезисы докладов V Всероссийской научной конференции.— Сыктывкар Уфа, 2008.—348 с.
- 92 Оборудование производства парфюмерно-косметических изделий, синтетических душистых веществ и эфирных масел / А.М. Журавлев, В.С. Непомнящий, А.Е. Огарев и др. М.: Пищ. пром-сть, 1980. 264 с.
- 93 Основы научных исследований: учебник для тех. вузов / В.И. Кругов, И.М. Грушко, В.В. Попова. М.: Высш. шк., 1989. 400 с.
- 94 ОФС 42-0013-03 Правила приемки лекарственного растительного сырья и методы отбора проб // Фармация.-2003.-№3 .- С. 3-8.
- 95 Патент РФ 2141336, А 61 К35/78 Способ выделения БАВ из растительного сырья / А.Н. Шиков, О.Н. Пожарицкая, В.Г. Макаров, Л.А. Климов, К.А. Краснов.-№99103309/14. Заявл. 11.02.99. Опубл. 20.11.99. БИ №32 (ч.1).
- 96 Персидская К.Г. Справочник для работников лабораторий эфиромасличных предприятий / К.Г. Персидская, А.П. Чипига. М.: Легкая и пищ. пром-сть, 1981.- 144 с.
- 97 Пономарев В.Д. Экстрагирование лекарственного сырья.— М.: Наука, 1976.—423 с.
- 98 Правила сбора и сушки лекарственных растений: сборник инструкций. М.: Медицина, 1997. 275с.
- 99 Практикум по фармакогнозии: учеб.пособие для студентов вузов / В.Н. Ковалев, Н.В. Попова, В.С. Кисличенко и др.;ред. В.Н. Ковалев.-Х.: НФаУ; Золотые страницы, 2003.-512с.
- 100 Пупыкина К.А.Изучение возможности использования пряноароматических и эфиромасличных растений для экопротективной помощи

- населению / К.А. Пупыкина , Н.В. Кудашкина // Вестник ОГУ .-2009-№6.-С. 488-502.
- 101 Работягов В.Д. Интродукция и селекция новых эфиромасличных лекарственных и пряноароматических красильных растений в ГНБС. Ботанические сады-центры сохранения биологического разнообразия мировой флоры. // Тезисы докладов Сессии Совета ботанических садов Украины (Ялта,13-16 июня,1995).-Ялта,1995.—С.174-175.
- 102 Разработка и научное обоснование комплексного использования сырья иссопа лекарственного и змееголовника молдавского / А.С. Никитина, О.И. Попова, И.В. Попова, Н.В. Никитина // Современные проблемы науки и образования.-2011.—№2.- С.5-12.
- 103 Растениеводство / П.П. Вавилов, В.В. Гриценко, Кузнецов В.С. и др. —5-е изд.—М.: Агропромиздат, 1986.—512 с.
- 104 Растениеводство / С.М. Бугай, А.И. Зинченко, В.И. Моисеенко, Н.А. Горок.- К.: Вища школа, 1987.—328 с.
- 105 Растениеводство Крыма / Е.В. Николаев, А.М. Изотов, В.Н. Чуниховская, Б.А. Тарасенко.—Симферополь: Таврия, 2008.—290 с.
- 106 Савельева Л. Ф. Фенхель волошский укроп // Здоровье и экология. 2007.- № 7.- С. 43-45.
- 107 Самусенко А.Л. Сравнительная оценка антиоксидантной активности эфирных масел пряно-ароматических растений методом капиллярной газовой хроматографии // Химия растительного сырья.— 2010.- №3.- С.107-113.
- 108 Сапронова Н.Н. Формулы биологически активных соединений: справочно-методическое пособие / Н. Н. Сапронова, А. А.Сорокина.- М.:Русский врач, 2000.
- 109 Сировинні джерела продуктів біотехнології та їх аналіз: навч. посібник для студ. вищ. навч. закл. / В.С. Кисличенко , І.О. Журавель ,О.В. Бухаріна та ін.; ред. В. С. Кисличенко. Х.: НФаУ; Золоті сторінки, 2009. 304 с.
- 110 Создание ресурсосберегающих технологий переработки лекарственного растительного сырья / Куркин В.А. и др. // Биологические

ресурсы: флоры. Известия Самарского Научного центра Российской академии наук, т.12, №1(3), 2010—С. 21-43.

- 111 Сокольский И. А. Сельдерей и фенхель // Наука и жизнь. 2006. №. 6. С. 64-65.
- 112 Справочник технолога эфиромасличного производства / А.П. Чипига, Д.Г. Зюков, В.П. Найденова и др.—М.: Легкая и пищ. пром-сть, 1981.-184с.
- 113 Тернинко І.І. Визначення кількісного вмісту флавоноїдів у надземних частинах окремих представників родини Селерових / І.І. Тернинко, В.С. Кисличенко, У.Е. Онищенко // Фармацевтичний часопис.-2009.- №4(9). С.11-15.
- 114 Тернинко І.І. Дослідження елементного складу представників родини
   Аріасеае / І.І. Тернинко,В.С. Кисличенко,У.Е.Онищенко // Фітотерапія. Часопис.
   2009. №2. С. 59 63.
- 115 Тернинко І.І. Порівняльне хромато-мас-спектрометричне вивчення ефірних олій плодів анісу та фенхелю / І.І.Тернинко, В.С. Кисличенко, У.Е. Онищенко // Український журнал КЛМ. 2009. Т. 4, № 3. С. 73 75.
- 116 Технология натуральных эфирных масел и синтетических душистых веществ / И.И. Сидоров, Н.А. Турышева, Л.П. Фалеева, Е.И. Ясюкевич. М.: Легкая и пищевая промышленность, 1984.-368 с.
- 117 Технология уборки и переработки эфиромасличных культур (мята, шалфей, анис, фенхель) с применением передвижных дистилляционных кубов / А.Р. Резников, А.Д. Шевелев, Э.Г. Баер, Э.Н. Манькова // Тезисы докладов 3-го симпозиума, 1980.—С. 203-204.
- 118 Тимофеев В.В. Оценка качества растительных отходов от производства некоторых фитохимических препаратов как кормовых продуктов / В.В. Тимофеев, Е.И. Пучкова // Передовой опыт в химико-фармацевтической промышленности. -1982.- №10. -С.7-11.
- 119 Тимчук К. Утилизация отходов переработки сырья эфиромасличных культур / К. Тимчук, Т. Железняк, З. Ворнику // Вестник Мордовского университета, Саранск, 2008. С. 146-147.

- 120 Ткаченко К.Г. Эфиромасличные растения и эфирные масла: достижения и перспективы, современные тенденции изучения и применения // Вестник Удмуртского университета.—2011.- Вып.1-С.88-100.
- 121 Турышева Н.А. Учебное пособие к лабораторному практикуму по товароведению эфирномасличного сырья. Цветочное и корневое сырье. Краснодар: КГШ, 1990. -87 с.
- 122 Фармацевтична енциклопедія / голова ред. ради та автор передмови В.П. Черних.—К.: Моріон,2005.—С. 775-776.
- 123 Хейфиц Л.А. Душистые вещества и другие продукты для парфюмерии: учебник / Л.А. Хейфиц, В.М. Дашунин. – М.: Химия, 1994. – 256 с.
- 124 Химический анализ лекарственных растений: учеб. пособие для фармацевтических вузов / Е.Я. Ладыгина, Л.Н. Сафронич, В.Э. Оперяшенкова и др.; ред. Н.И. Гринкевич, Л.Н, Сафронич. М.: Высш. школа, 1983. 176 с.
- 125 Чарыков А.К. Статистическая обработка результатов химического анализа. Л.: Химия, 1984. 168 с.
- 126 Шляпникова А.П.Технологические свойства лаванды / А.П. Шляпников, В.А. Шляпников // Масложировая промышленность. 1981. № 7. С. 29 31.
- 127 Эйдельман М.П. Эффективность экстракции эфирного масла / М.П. Эйдельман, В.А. Шляпников // Масложировая промышленность. 1985. № 11. С. 23-25.
- 128 Экстракционная переработка шалфея мускатного / В.А. Шляпников, Ю.В. Кочубей, Д.А. Кочубей и др. // Масложировая промышленность. -1980. № 10. С. 24- 27.
- 129 Энциклопедический словарь лекарственных растений и продуктов животного происхождения / ред. Яковлев Г.П., Блинова К.Ф. С.Пб.: Специальная литература, 1999. 996 с.
- 130 Эфирное масло из целых растений фенхеля и возможности его переработки / И.М. Чернышова, К.Г. Персидская, Э.Н. Манькова //Труды ВНИИ эфиромасличных культур.- Симферополь, 1982.- Т.14, С. 165-172.

- 131 Эфирные масла: химия, технология, анализ и применение / Л.К. Гуринович, Т.В. Пучкова М.: Школа Косметических Химиков, 2005. 192 с.
- 132 Эфиромасличные культуры / ред. А.М. Смолянов, А.Т. Ксендз. М.: Колос, 1976. 336 с.
- 133 Akgul A. Studies on the essential oils from Turkish fennel seeds (Foeniculum vulgare M. var. dulce). Prog. in Essential Oil Res. Walter de Gruyter & Co., Berlin, 1986- P. 487-489.
- 134 Alijev P. K. Lekarstvennyje rastenija Azerbaidzhana/ Alijev P.K, Prilipko L.I. Baku: Azerbaidzhanskoe gosudarstvennoe izdatelstvo, 1969.
- 135 An Acylated Kaempferol Glycoside from Flowers of Foeniculum vulgare and F. Dulce. / F. M. Soliman, A. H. Shehata, A.E. Khaleel and S.M. Ezzat // Molecules.- 2002.-№ 7.- P. 245-251.
- 136 Antioxidant and antimicrobial activities of essential oil and extracts of fennel (Foeniculum Vulgare Mill.) seeds from Pakistan / F. Anwar, M. Ali, A. Hussain, M. Shahid. // Flavors Fragr. S.- 2009. № 24.- P. 170-176.
- 137 Ashraf M. Studies on the essential oils of the Pakistani species of the family Umbelliferae, Part II. Foeniculum vulgare M. (Fennel) seed oil. Pakistan / Ashraf M., Bhatty M.K. // J. Sci. Ind. Res. 18, 1975.-P. 236-240.
- 138 Bisset NG Herbal drugs and phytopharmaceuticals: a handbook for practice on a scientific basis / Bisset NG, Wichtl M. Stuttgart: Medpharm Scientific Publishers, 1994.
- 139 Bowes K.M. Essential oil yields and quality of Fennel grown in Nova Scotia/ K.M. Bowes, V.D. Zheljazkov // HortScience.-2005.-№ 39 (7) –P. 1640-1643.
- 140 British herbal pharmacopoeia. Exeter: British Herbal Medicine Association,1996.
- 141 Chemical compositions and antioxidant properties of essential oils from nine species of Turkish plants obtained by supercritical carbon dioxide extraction and steam distillation / U. Topal, M. Sasaki, M Goto, S. Otles // Int. Journal of Food Sciences and Nutrition.-2007.-№18.-P.1-16.

- 142 Chevallier A. The encyclopedia of medicinal plants. London: Dorling Kindersley, 1996.-310 p.
- 143 Comparative Evaluation of Extraction Methods for Extraction of Essential Oil from Foeniculum Vulgare / J.B Patel, B. Patel, R.K. Patel, B.H. Patel // JPSBR.-2012.- Volume 2, Issue 4.-P.176-178.
- 144 Comprising in Various Bioactive Compounds of Leaves and Seeds of Foeniculum Vulgare Mill-Ethnobotanical / Gulfraz M., Arshad M., Urma N., Kanval and Shabir // Leaflets, 2005.-P.6-14.
- 145 Constituents of essential oils from leaves and seeds of Foeniculum vulgare Mill cultivated in Bangladesh. Bangladesh / J.Chowdhury, M. Mobarok, M. Bhuiyan, N. Nandi // J. Bot.-2009.-№ 38(2).- P. 181-183.
- 146 Damayanti A. Essential, Oil Extraction of Fennel Seed (Foeniculum vulgare) Using Steam Distillation I / A. Damayanti , E. Setyawan // Int. J. Sci. Eng., 2012.-Vol. 3(2): p.12-14.
- 147 Distribution of trans-anetol and estragon in Fennel (Foeniculum Vulgare Mill.) of Callus induced from different seeding parts and fruits / A. Afify, H. El-Beltagi, A. Hammama, M.Sidky, O.Mostafa.- Notulae Scientia Biologicae, 2011.-№ 3 (1): P.79-86.
- 148 Extraction of fennel (Foeniculum vulgare Mill.) seeds with supercritical CO2: Comparison with hydrodistillation/ Damjanovica B., Lepojevicb Z, Živkovicc V. & Aleksandar Tolic A. // Food Chemistry.-2005.-№ 92(1).- P.143-149.
- 149 Foeniculum vulgare: A comprehensive review of its traditional use, phytochemistry, pharmacology, and safety/ M.A Rather. et al. // Arabian Journal of Chemistry.- 2012.-P.1-10.
- 150 Gamiz-Gracia L. Continuous subcritical water extraction of medical plant essential oil: comparison with conventional techniques / L.Gamiz-Gracia, M.D. Luque de Castro // Talanta.-2000. -№51.-P. 1179-1185.
  - 151 Grieve M. A modern herbal. London: Tiger Books International, 1998.

- 152 He W. A review of chemistry and bioactivities of a medical spice: Foeniculum Vulgare / W. He, B. Huang // Journal of medicinal plants research.-2011.-Vol.5(16).- P.3595-3600.
- 153 Indian Medicinal Plants: A compendium of 500 Species -5 / eds. Warrier P K, Nambiar V P K, Ramankutty C. Chennai: Orient Longman, 1996.-552 p.
- 154 Khorshidi J. Effect of Densities of Planting on Yield and Essential Oil Components of Fennel (Foeniculum vulgare Mill Var. Soroksary) // Journal of Agricultural Science.-2009.- Vol. 1, No. 1 .-P.152-157.
- 155 Ohta, T. A Quercetin-3-O-Arabinoside from the Leaves of *F.* vulgare / T.A.Ohta, T. Miyazaki, T. Foenicularin // J. Pharm. Soc. Japan.- 1959.-76, 323.
- 156 Özcan M. Chemical composition of the essential oil of bitter fennel (Foeniculum vulgare subsp. piperitum)/M. Özcan , A. Akgül. // J. Spices Arom. Crops.-2001.-№ 10.-P. 49-50.
- 157 Parashar A.Estimation of protein content in Fennel (Foeniculum vulgare) infected with ramularia blight and powdery mildew / A. Parashar, P. Lodha // Indian Journal of Fundamental and Applied Life Sciences. 2011.- Vol. 1 (4).- P.117-120.
- 158 Patel D G Studies on variability of some morphological characters in fennel (Foeniculum vulgare Mill.) / D G Patel, P S Patel & I D Patel // Journal of Spices and Aromatic Crops 2008.- Vol. 17 (1).- P. 29–32.
- 159 Phenolic glycosides from Foeniculum vulgare fruit and evaluation of antioxidative activity / S. Marino, F. Gala, N.Borbone, F.Zollo // Phytochemistry .- 2007.-№68.-P. 1805–1812.
- 160 Phytochemical study of the plant Foeniculum vulgare / T. Chaouche, F.Haddouchi, H. Lazouni, F. Bekkara // Mill. Der Pharmacia Lettre.- 2011.- №3(2)P. 329-333.
- 161 Piccaglia R. Characterization of some Italian types of wild fennel (Foeniculum vulgare Mill.) / R. Piccaglia, M. Marotti // J. Agric. Food Chem.-2001.- № 49(1) P. 239-244.

162 Secondary metabolites and pharmacology of Foeniculum vulgare / M. I. Nassar, E.A. Aboutabl, Y.A. Makled, E.A. El-Khrisy, A.F. Osman // Mill Rev. Latinoamer. Quím.-2010.-№ 38/2.

163 The effect of fennel essential oil on uterine contraction as a model for dysmenorrhea, pharmacology and toxicology study / Ostad S.N, Soodi M, Shariffzadeh M, Khorshidi N. & Marzban H. // Journal Ethnopharmacology .-2001.- № 76(3) P. 299-304.

## приложения

Приложение А

Хроматограммы

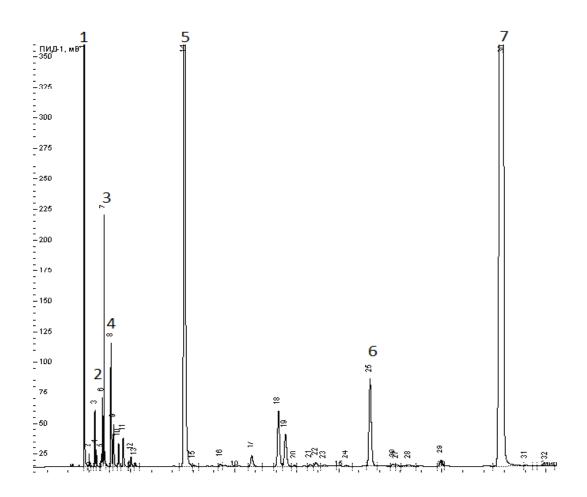


Рисунок 1— Хроматограмма эфирного масла фенхеля из целых растений:  $1 - \alpha$ -пинен, 2 -  $\beta$ -фелландрен, 3 - линалоол, 4 - 1,8-цинеол, 5 - фенхон, 6 - метилхавикол, 7 - анетол.

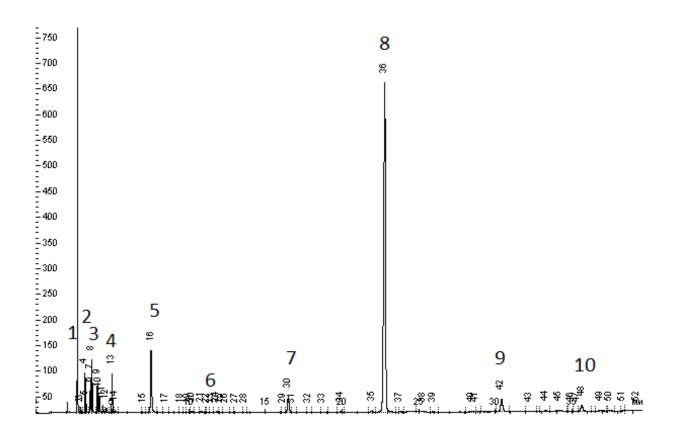


Рисунок 2 – Типичная хроматограмма эфирного масла фенхеля обыкновенного сорта Мэрцишор из воздушно-сухого сырья при хранении в течение 6 месяцев: 1 - α-пинен, 2 - β-пинен, 3 - β-фелландрен, 4 - 1,8-цинеол, 5 – фенхон, 6 - линалоол, 7 - метилхавикол, 8 - анетол, 9 - анисовый альдегид, 10 - анисовая кислота

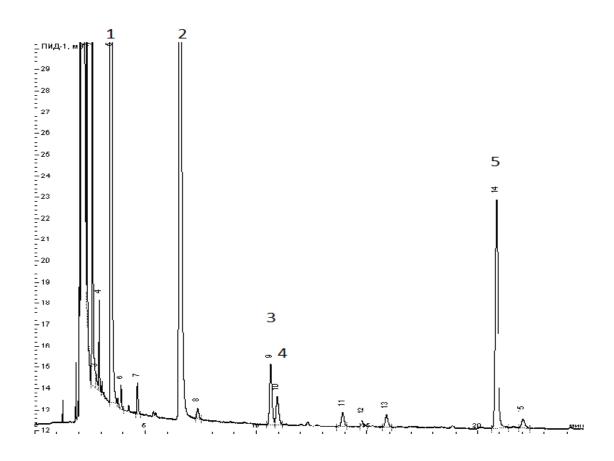


Рисунок 3 – Хроматограмма натуральной душистой воды фенхеля обыкновенного сорта Мэрцишор:

1 - фенхон, 2 - камфора, 3 - линалоол, 4 - метилхавикол, 5 - анетол

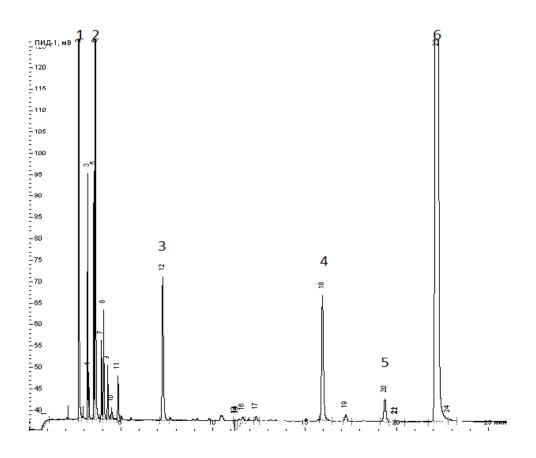


Рисунок 4 — Хроматограмма концентрата фенхеля обыкновенного: 1-  $\alpha$ -пинен, 2 -  $\beta$ -фелландрен, 3 - лимонен, 4 - фенхон, 5 - метилхавикол, 6 - анетол

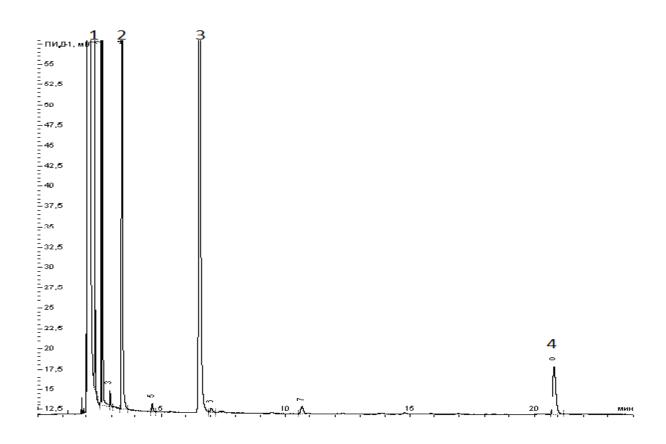


Рисунок 5— Хроматограмма водно-спиртового экстракта отходов фенхеля: 1 - α-пинен, 2 - камфен, 3 - лимонен, 4 - анетол

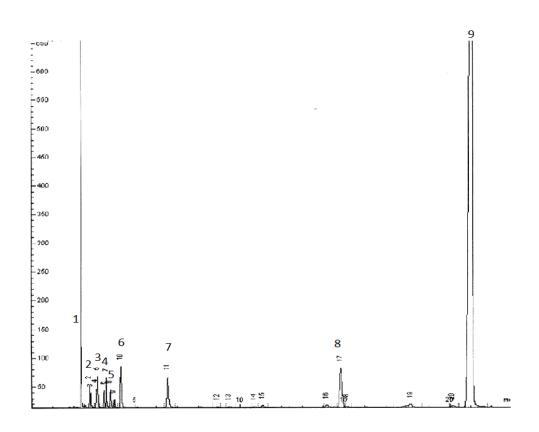


Рисунок 6 – Типичная хроматограмма эфирного масла из плодов фенхеля: 1 -  $\alpha$ -пинен, 2 - сабинен, 3 -  $\beta$ -мирцен, 4 -  $\beta$ -феландрен, 5 - лимонен, 6 -  $\gamma$ -терпинен, 7 - фенхон, 8 - метилхавикол, 9 - анетол

# Приложение Б

# НАЦИОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАИНИ

Сырье фенхеля для промышленной переработки.

Технические условия.



# НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

## Сировина фенхелю для промислового перероблення. Технічні умови

ДСТУ ххх-ххх

Видання офіційне

# Київ МІНЕКОНОМРОЗВИТКУ УКРАЇНИ 2013

#### ПЕРЕДМОВА

Промышленное сырье. Технические условия)

Право власності на цей документ належить державі. Відтворювати, тиражувати і розповсюджувати його повністю чи частково на будь-яких носіях інформації без офіційного дозволу заборонено. Стосовно врегулювання прав власності треба звертатися до Мінекономрозвитку України

Мінекономрозвитку України, 2013

## **3MICT**

	C.
1 Сфера застосування	1
2 Нормативні посилання	1
3 Терміни та визначення понять	2
4 Технічні вимоги	3
5 Вимоги щодо безпеки	6
6 Вимоги щодо охорони довкілля	6
7 Маркування	6
8 Пакування	7
9 Правила транспортування і зберігання	7
10 Методи контролювання	8
11 Правила приймання	8
12 Гарантії виробника	8
Додаток А Методика визначання масової частки ефірної олії у свіжозрізаній сировині методом Клевенджера	9
Додаток Б Правила приймання свіжозрізаної сировини фенхелю	13

## НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

## СИРОВИНА ФЕНХЕЛЮ ДЛЯ ПРОМИСЛОВОГО ПЕРЕРОБЛЕННЯ Технічні умови

СЫРЬЕ ФЕНХЕЛЯ ДЛЯ ПРОМЫШЛЕННОЙ ПЕРЕРАБОТКИ Технические условия

RAW MATERIAL OF FENNEL FOR INDUSTRIAL PROCESSING Specifications

TT	
Чинний від	

#### 1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

- **1.1** Цей стандарт поширюється на сировину фенхелю для промислового перероблення та установлює технічні вимоги щодо оцінювання її якості.
- **1.2** Сировину фенхелю використовують для отримання ефірних олій та іншої продукції промислового перероблення.
- **1.3** Вимоги щодо безпечності продукції та охорони довкілля викладено у розділах 5 і 6.

#### 2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

У цьому стандарті є посилання на такі нормативні документи:

ДСТУ 2114 - 92 (ГОСТ 17082.1 - 93) Плоди ефіроолійних культур для промислової переробки. Приймання і методи відбору проб

ДСТУ 2765 - 94 (ГОСТ 17082.3 - 95) Плоди ефіроолійних культур для промислової переробки. Метод визначення наявності розколених плодів, ефіроолійних домішок та іншої засміченості

ДСТУ 2766 - 94 (ГОСТ 17082.2 - 95) Плоди ефіроолійних культур для промислової переробки. Метод визначення вологості

ДСТУ 7109:2009 Плоди ефіроолійних культур для промислового переробляння. Методи визначення масової частки ефірної олії

ГОСТ 12.1.005 – 88 ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны (ССБП Загальні санітарно-гігієнічні вимоги до повітря робочої зони)

ГОСТ 12.4.013— 85 ССБТ Очки защитные. Общие технические условия (ССБП Окуляри захисні. Загальні технічні умови)

ГОСТ 12.4.131 – 83 Халаты женские. Технические условия ( Халати жіночі. Технічні умови)

ГОСТ 12.4.132 – 83 Халаты мужские. Технические условия ( Халати чоловічі. Технічні умови)

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия

ГОСТ 5496-78 Трубки резиновые технические. Технические условия

ГОСТ 14192 – 96 Маркировка грузов (Маркування вантажів)

ГОСТ 14919 – 83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 20010 – 93 Перчатки резиновые технические. Технические условия (Рукавички гумові технічні. Технічні умови)

ГОСТ 24104-88 Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 28605 - 90 Сырье эфиромасличное цветочно-травянистое. Методы отбора проб (Сировина ефіроолійна квітково-трав'яниста. Методи відбору проб)

ГОСТ 28606 - 90 Сырье эфиромасличное цветочно-травянистое. Методы определения влаги (Сировина ефіроолійна квітково-трав'яниста. Методи визначення вологи)

ГОСТ 28607 - 90 Сырье эфиромасличное цветочно-травянистое. Методы определения примесей (Сировина ефіроолійна квітково-трав'яниста. Методи визначення домішок)

ДСанПіН Державні санітарні норми та правила утримання територій населених місць

ДСанПіН 2.2.7.029 - 99 Гігієнічні вимоги щодо поводження з промисловими відходами та визначення їх класу небезпеки для здоров'я населення

ДСанПіН 2.2.9.027 - 99 Санітарні правила і норми безпеки продукції парфумерно-косметичної промисловості

ДСП 201 - 97 Державні санітарні правила охорони атмосферного повітря населених місць (від забруднення хімічними і біологічними речовинами)

СанПиН 4630 - 88 Санитарные правила и нормы охраны поверхностных вод от загрязнения (Санітарні правила та норми охорони поверхневих вод від забруднення).

#### 3 ТЕРМІНИ ТА ВИЗНАЧЕННЯ ПОНЯТЬ

Нижче наведено терміни, вжиті в цьому стандарті, та визначення позначених ними понять.

#### 3.1 сировина фенхелю технічна (raw fennel technicaltech)

Свіжозрізані цілі та подрібнені рослини чи плоди фенхелю (*Foeniculum vulgare Mill*. ) родини селерових (*Apiaceae*), що вирощують в Україні, які призначені для отримання ефірної олії або інших продуктів ефіроолійного виробництва.

3.2 сировина фенхелю свіжозрізана для виробництва конкрету (raw fennel fresh cut for the production of extract)

Цілі квітконосні стеблини фенхелю, зібрані у фазу цвітіння зонтиків першого порядку.

3.3 сировина фенхелю свіжозрізана для виробництва ефірної олії (raw fennel fresh cut for the production of essential oils)

Цілі квітконосні стеблини фенхелю, зібрані у фази молочної або молочновоскової стиглості плодів на зонтиках першого порядку.

## 3.4 сировина фенхелю з плодів (raw fennel with fruit)

Плоди та полуплодики фенхелю, які заготовлено у фазу дозрівання плодів на центральних зонтиках.

#### 4 ТЕХНІЧНІ ВИМОГИ

#### 4.1 Сировина фенхелю свіжозрізана

**4.1.1** Сировина фенхелю свіжозрізана за якістю має відповідати вимогам та нормам наведеним у таблицях 1 і 2.

Базисні норми, згідно з якими проводять розрахунки за свіжозрізаної сировини фенхелю, наведено у таблиці 1.

Таблиця 1 – Базисні норми показників якості свіжозрізаної сировини

Назва показника	Норма	Метод
		контролювання
Наявність сторонньої вологи (від дощу, роси та ін.)	<u>Не дозволено</u>	Згідно з ГОСТ 28606
Масова частка сміттєвих домішок, %	2,0	
Масова частка домішок даної рослини:		
- сухого листя та стеблин, зрізаних понад		
допустимих 10 см від нижнього зеленого листа, (у	2,0	Згідно з
сумі), %	3,0	ΓOCT 28607
- недозрілих та перезрілих рослин, (у сумі), %		
Наявність почорнілих і прілих стеблин, листя та	Не дозволено	
суцвіть		
Наявність домішок інших ефіроолійних рослин	Не дозволено	
(коріандр, ганус, та ін.)		
Inuvirua Rajer adinuoj ouj v enimonioani emporani de	NIVATIO DUQUOTOTI 20 DUA	ACEOTO CHOMMADANA SELHIA

**Примітка.** Вміст ефірної олії у свіжозрізаній сировині фенхелю визначають за вимогою споживача згідно з додатком А.

Обмежувальні норми показників якості свіжозрізаної сировини фенхелю, що постачають на перероблення, наведено у таблиці 2 .

**Таблиця 2** – Обмежувальні норми показників якості свіжозрізаної сировини фенхелю

Назва показника	Норма	Метод
		контролювання
Масова частка сміттєвих домішок, %, не більше ніж	8,0	
Масова частка домішок даної рослини:		
- сухого листя та стеблин, зрізаних понад		
допустимих 10 см від нижнього зеленого листа, (у		
сумі), %., не більше ніж	5,0	
- недозрілих та перезрілих рослин, (у сумі), %,		Згідно з
не більше ніж	25,0	ΓOCT 28607
Наявність почорнілих і прілих рослин	Не дозволено	
Наявність домішок інших ефіроолійних рослин	Не дозволено	
(коріандр, фенхель та ін.)		
Примітка. У разі перевищення обмежувальних норм сировину приймають за домовленістю сторін.		

- **4.1.2** Сировина фенхелю свіжозрізана ціла чи подрібнена, яку постачають на перероблення, має бути у вигляді свіжих, вкритих листям квітконосних стеблин, із забарвленням від світлого до темно-зеленого та з ароматичним запахом, притаманним рослинам фенхелю. Рослини фенхелю зрізають на висоті від 30 см до 50 см від поверхні ґрунту. Висота зрізу може коливатися у залежності від сорту та погодних умов року вирощування.
- **4.1.3** За сміттєву домішку приймають: землю, пісок, камінці, комах, частини бур'янів та культурних не ефіроолійних рослин.
  - 4.1.4 За домішку даної рослини приймають:
  - сухе листя та стеблини зрізані понад допустимих 10 см від нижнього зеленого листа;
- недостиглі рослини це рослини у яких центральні зонтики знаходяться у фазах цвітіння та плодоутворення;
- перестиглі рослини це рослини з побурілими плодами на зонтиках першого порядку;
- почорнілі та прілі рослини це рослини, що змінили колір під впливом несприятливих погодних умов у період збирання або під час порушення правил транспортування свіжозрізаної сировини.
- **4.1.5** За домішку інших ефіроолійних рослин приймають рослини, що містять ефірну олію (коріандр, ганус та ін.).

#### 4.2 Сировина фенхелю з плодів

**4.2.1** Сировина фенхелю з плодів за якістю має відповідати вимогам та нормам наведеним у таблицях 3 і 4.

Базисні норми, згідно з якими проводять розрахунки за сировину фенхелю з плодів, наведено у таблиці 3.

Таблиця 3 – Базисні норми показників якості плодів фенхелю

Назва показника	Норма	Метод контролювання
Масова частка вологи, %	<u>13,0</u>	Згідно з ДСТУ 2766 (ГОСТ 17082.2)
Масова частка сміттєвих домішок, %	3,0	
Масова частка домішок даної рослини, %	10,0	Згідно з ДСТУ 2765
Наявність домішок інших ефіроолійних рослин	Не дозволено	(ГОСТ 17082.3)
(коріандр, ганус, та ін.)		

**Примітка.** Вміст ефірної олії у сировині з плодів фенхелю визначають за вимогою споживача згідно з

ДСТУ 7109.

Обмежувальні норми показників якості сировини фенхелю з плодів, що постачають на перероблення, наведено у таблиці 4.

Таблиця 4 – Обмежувальні норми показників якості плодів фенхелю

Назва показника	Норма	Метод контролювання
Масова частка вологи, %, не більше ніж	16,0	Згідно з ДСТУ 2766
		(ΓOCT 17082.2)
Масова частка сміттєвих домішок, %, не більше		
ніж	12,0	Згідно з ДСТУ 2765
Масова частка домішок даної рослини, %, не	20,0	(ΓOCT 17082.3)
більше ніж		
Примітка. У разі перевищення обмежувальних норм сировину приймають за домовленістю сторін.		

**4.2.2** Сировина фенхелю з плодів, яку постачають на перероблення, має бути у здоровому не зігрітому стані, мати цвіт та запах, притаманний нормальним плодам фенхелю.

#### 4.2.3 До сміттєвої домішки належать:

- увесь прохід, одержаний під час просіювання через сито з отворами діаметром 1 мм;
  - залишок на ситі з отворами діаметром 1 мм;
  - мінеральна домішка (грудочки землі, шлак, пісок, камінці тощо);
  - органічна домішка (частки стеблин, листя, плодові оболонки тощо);
  - насіння усіх дикорослих і культурних рослин.
  - 4.2.4 До домішки даної рослини належать плоди та напівплодики:
  - почорнілі;

- цвілі;
- пошкоджені шкідниками;
- пророслі;
- роздавлені та роздроблені.

#### 5 ВИМОГИ ЩОДО БЕЗПЕКИ

- **5.1** Повітря робочої зони під час роботи з сировиною фенхелю має відповідати вимогам ГОСТ 12.1.005.
- **5.2** Виробничий персонал під час роботи з сировиною фенхелю потрібно забезпечити засобами індивідуального захисту: захисними окулярами згідно з ГОСТ 12.4.013, жіночими/чоловічими халатами згідно з ГОСТ 12.4.131 чи ГОСТ 12.4.132, гумовими рукавичками згідно з ГОСТ 20010, респіраторами згідно з чинним нормативним документом.

### 6 ВИМОГИ ЩОДО ОХОРОНИ ДОВКІЛЛЯ

- **6.1** Контролюють дотримання норм викидів шкідливих речовин у атмосферу згідно з ДСП 201.
- **6.2** Охороняють ґрунт від забруднення побутовими і промисловими відходами згідно з вимогами «Державних санітарних норм та правил територій населених місць.
- **6.3** Охороняють поверхневі води від забруднення згідно з вимогами СанПиН 4630.
  - 6.4 Утилізують промислові відходи згідно з вимогами ДСанПіН 2.2.7.029.

#### 7 МАРКУВАННЯ

**7.1** Маркування проводять у разі завантажування сировини фенхелю (плодів) у тару (мішки тощо) за домовленістю виробника та замовника.

Усі вимоги до маркування зазначають у договорі (контракті) і у супровідних товарно-транспортних документах.

**7.2** Транспортне марковання — згідно з ГОСТ 14192 із нанесенням маніпуляційного знаку "Берегти від вологи".

#### 8 ПАКУВАННЯ

- **8.1** Сировину фенхелю свіжозрізану не пакують, а відвантажують насипом у транспорт.
- **8.2** Сировину фенхелю з плодів мають пакувати у тару (мішки тощо). За домовленістю виробника та замовника пакування може бути без тарним.

#### 9 ПРАВИЛА ТРАНСПОРТУВАННЯ І ЗБЕРІГАННЯ

**9.1** Сировину фенхелю перевозять насипом або у мішках усіма видами транспорту згідно з правилами перевезення вантажів, чинними на цих видах транспорту.

Транспортні засоби мають бути чисті, сухі без сторонніх запахів. Під час навантажування, перевезення і розвантажування сировину фенхелю потрібно захищати від атмосферних опадів.

- 9.2 Зберігання свіжозрізаної сировини фенхелю не дозволено.
- **9.3** У разі зберігання сировини фенхелю з плодів у мішках потрібно дотримуватися санітарних правил та умов зберігання затверджених у встановленому порядку.
- **9.4** Під час транспортування, розташування та зберігання плодів фенхелю враховують стан його вологості, наведений у таблиці 5.

Таблиці 5 — Стан плодів фенхелю за вологістю

Стан плодів фенхелю	Вміст вологи, %
Сухий	до 12,0 включ.
Середньої сухості	від 12,0 до 14,0 влюч.
Вологий	від 14,1 до 16,0 включ.
Сирий	понад 16,1

#### 10 МЕТОДИ КОНТРОЛЮВАННЯ

#### 10.1 Відбирання проб сировини:

- свіжозрізану сировину відбирають згідно з ДСТУ\*);
- плоди фенхелю згідно з ДСТУ 2114.
- **10.2** Показники якості технічної сировини визначають згідно з 4.1.1 (таблиця 1, 2) та 4.2.1 (таблиця 3, 4).

#### 11 ПРАВИЛА ПРИЙМАННЯ

#### Правила приймання сировини:

- свіжозрізану сировину приймають згідно з додатком Б.
- плоди фенхелю згідно з ДСТУ 2114.

#### 12 ГАРАНТІЇ ВИРОБНИКА

- **12.1** Виробник гарантує відповідність якості технічної сировини фенхелю вимогам цього стандарту за умов дотримання умов транспортування і зберігання.
- **12.2** Гарантійний термін зберігання технічної сировини (плодів) 12 міс з моменту збирання.

<sup>\*)</sup> на розгліяді

#### ДОДАТОК А

(довідковий)

# МЕТОДИКА ВИЗНАЧАННЯ МАСОВОЇ ЧАСТКИ ЕФІРНОЇ ОЛІЇ У СВІЖОЗРІЗАНІЙ СИРОВИНІ МЕТОДОМ КЛЕВЕНДЖЕРА

Ця методика встановлює метод визначання масової частки ефірної олії у свіжозрізаній сировині фенхелю. Вміст ефірної олії вимірюють у відсотках (v/m або m/m) від маси наважки, яку беруть для аналізування та обчислюють як на сиру, так і на абсолютно суху масу сировини.

**Примітка.** На результат визначання впливає правильність відбирання середньої проби для аналізування та ступінь подрібнення сировини.

#### 1 СУТЬ МЕТОДУ

Суть методу полягає у вимірюванні масової частки ефірної олії, що отримують відганянням ефірної олії з сировини методом гідродистиляції. Об'єм декантованої ефірної олії вимірюють за кількістю поділок у градуйованому приймачі.

#### 2 ЗАСОБИ ВИМІРЮВАННЯ, РЕАКТИВИ І МАТЕРІАЛИ

Насадка Клевенджеру з об'ємом градуйованої частини приймача не менше ніж  $0.75 \, cm^3$  і з ціною поділки не більше ніж  $0.025 \, cm^3$  згідно з ДСТУ 7109.

Ваги лабораторні загального призначення 4-го класу точності з найбільшою межею зважування 500 г згідно з чинним нормативним документом.

Секундомір згідно з чинним нормативним документом.

Циліндр будь-якого виконання місткістю 500 (1000) см<sup>3</sup> згідно з ГОСТ 1770.

Колба Кн-2-2000 - 29/32 ТХС згідно з ГОСТ 25336.

Холодильники типу ХПГ або ХШ згідно з ГОСТ 25336.

Електроплитка згідно з ГОСТ 14919, потужність від 800 вт до 1000 вт.

Штатив лабораторний згідно з чинним нормативним документом.

Трубка гумова технічна згідно з ГОСТ 5496.

Секатор або ножиці.

Дозволено застосовувати інші засоби вимірювальної техніки і лабораторне устаткування з аналогічними або вищими технічними і метрологічними характеристиками.

#### 3 ГОТУВАННЯ ДО ПРОВЕДЕННЯ ВИМІРЮВАННЯ

#### 3.1 Відбирання проб та готування сировини

- **3.1.1** Проби свіжозрізаної сировини відбирають згідно з ГОСТ 28605.
- **3.1.2** Відібрану пробу подрібнюють секатором на частки завдовжки від 2 см до 3 см.

#### 3.2 Відбирання наважок сировини для відганяння

- **3.2.1** Маса наважки сировини має бути  $(100 \pm 0.01)$  г.
- **3.2.2** Визначання вмісту вологи в сировині згідно з ГОСТ 28606.

#### 4 ПРОВЕДЕННЯ ВИМІРЮВАННЯ

- **4.1** Наважку сировини поміщають у колбу місткістю 2000 дм<sup>3</sup>, заливають водою у співвідношенні від 1:5 до 1:8. Колбу ставлять на електроплитку, з'єднують з насадкою Клевенджера, заповнюючи її водою у градуйованій частині. Відганяння має тривати 120 хв. Відлік часу починають з моменту появи перших крапель дистиляту з холодильника. Швидкість відганяння регулюють нагріванням електроплитки так, щоб холодильник чи перехідник не захлиналися, а дистилят стікав зі швидкістю від 50 до 60 крапель/хв.
- За (3-5) хв. до закінчення часу відганяння, припиняють подавання води у холодильник і прогрівають його для переведення залишкової кількості ефірної олії зі стінок холодильника у приймач. За появи пари у повітряній трубці холодильника подачу води відновлюють. Таку процедуру повторюють два рази.

#### 4.2 Відлік кількості ефірної олії

Відлік кількості декантованої олії проводять за кількістю поділок, що займає ефірна олія у приймачі, після охолоджування приймача за температури (20  $\pm$  1)  $^{0}$ C.

Вимірювання масової частки ефірної олії в сировині проводять у двох повторюваннях.

#### 5 ОПРАЦЬОВУВАННЯ РЕЗУЛЬТАТУ ВИМІРЮВАННЯ

**5.1** Масову частку ефірної олії  $E_{cup}$  у відсотках (m/m) обчислюють за формулами (1 і 2):

на сиру масу сировини

$$E_{cup} = \frac{n \cdot a \cdot \rho \cdot 100}{m},\tag{1}$$

де n – кількість поділок у приймачі, яку займає декантована олія, шт.;

a – ціна поділки градуйованої частини приймача, см $^3$ ;

 $\rho$  – густина ефірної олії фенхелю 0,935 г/см<sup>3</sup>;

m — маса наважки сировини, г;

100 – корегувальний коефіцієнт.

**Примітка**. Для представлення результату в об'ємно вагових відсотках (v / m) густину ефірної олії не враховують.

на абсолютно суху масу сировини

$$E_{cyx} = \frac{E_{cup} \cdot 100}{(100 - W)} \tag{2}$$

де  $E_{cup}$  — масова частка ефірної олії, обчислена за формулою (1), %: W — масова частка вологи, %.

Результат вимірювання обчислюють з точністю до третього десяткового знака з подальшим округленням до другого десяткового знака.

За остаточний результат беруть середнє арифметичне результатів двох паралельних визначень, розбіжність між якими (збіжність вимірювання) не повинна перевищувати  $0,20\,\%$  .

Результат визначення записують у робочому журналі в довільній формі. Журнал має бути пронумерований та прошнурований.

#### ДОДАТОК Б

(довідковий)

#### ПРАВИЛА ПРИЙМАННЯ СВІЖОЗРІЗАННОЇ СИРОВИНИ ФЕНХЕЛЮ

- 1 Свіжозрізану сировину фенхеля приймають з урахуванням залікової маси
- **1.1** Залікову масу  $M_3$  партії сировини за базисними нормами у кілограмах обчислюють за формулою (Б 1):

$$M_3 = M_{\phi} \frac{100 - (\Pi_{\phi} - \Pi_{\delta})}{100}, \tag{1}$$

де  $M_{\phi}$  – фактична маса партії, кг;

 $\Pi_{\phi}$  – фактична масова частка сторонньої вологи, сміттєвої домішки, домішки даної рослини (у сумі), %;

 $\varPi_{\delta}$  – базисна масова частка сміттєвої домішки та домішки даної рослини, %.

Обчислювання результатів визначання залікової маси свіжозрізаної сировини фенхелю проводять із точністю до першого десяткового знака з подальшим округлюванням результату до цілої одиниці.

Приклад 1

Надійшло 1000 кг сировини з масовою часткою сміттєвої домішки 1,5 %; домішки даної рослини 2,0 %.

$$M_3 = 1000 \cdot \frac{100 - [(1,5+2,0) - (2,0+3,0)]}{100} = 1015 \text{ (KG)}$$
 (2)

Таким чином, залікова маса сировини становить 1015 кг.

Приклад 2

Надійшло 1000 кг сировини з масовою часткою сміттєвої домішки

5,9 %; недостиглих та перестиглих рослин 15 %, сухого листя та стеблин 7.0 %

$$M_3 = 1000 \cdot \frac{100 - [(5,9+15,0+7,0) - (2,0+3,0)]}{100} = 771 \text{ (KT)}$$

Таким чином, залікова маса сировини становить 771 кг.

## Код УКНД 65.020.20

**Ключові слова**: гарантія виробника, зберігання, методи контролювання, свіжозрізана сировина, сировина з плодів, приймання, транспортування, фенхель.

Заст. директора ІСГ Криму Керівник роботи Відповідальний виконавець



# Приложение В ВОДНО-СПИРТОВЫЙ ЭКСТРАКТ ФЕНХЕЛЯ Технические условия

# ЮЖНЫЙ ФИЛИАЛ НАЦИОНАЛЬНОГО УНИВЕРСИТЕТА БИОРЕСУРСОВ И ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЯ УКРАИНЫ «КРЫМСКИЙ АГРОТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»



## ВОДНО-СПИРТОВЫЙ ЭКСТРАКТ ФЕНХЕЛЯ

Технические условия
ТУ У 24.6-3081314841.002:2013
(на партию 100 кг)

#### РАЗРАБОТАНО:

ологии и
дства
ла
имашева
13 г.
вания
орбунова

# СОДЕРЖАНИЕ

1 Область применения	3
2 Нормативные ссылки	3
3 Термины и определения	5
4 Технические требования	5
5 Требования безопасности	6
6 Требования к охране окружающей среды	7
7 Маркировка	7
8 Упаковка	8
9 Правила транспортирования и хранения	8
10 Методы контроля	8
11 Правила приемки	8
12 Гарантин изготорителя	0

#### 1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящие технические условия распространяются на водно-спиртовый экстракт фенхеля обыкновенного и устанавливают технические требования по оценке его качества.

Водно-спиртовый экстракт фенхеля обыкновенного применяется в парфюмерно-косметической промышленности.

Требования по безопасности продукции приведены в разделах 5 и 6.

#### 2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В этих технических условиях приведены ссылки на такие нормативные документы:

ДСТУ 2729-94 (ГОСТ 30145-94) Олії ефірні та продукти ефіроолійного виробництва. Правила приймання, відбір проб та методи органолептичних випробувань

ДСТУ БА. 3.2-12:2009 Система стандартів безпеки праці. Системи вентиляційні. Загальні вимоги

ДСТУ ISO 212 – 2002 Олії ефірні. Відбирання проб

ГОСТ 12.1.004 - 91 ССБТ. Пожарная безопасность. ГОСТ 9069-73 Масла эфирные, вещества душистые и полупродукты их синтеза, косметическое сырье. Упаковка, маркировка, транспортирование и хранение

ГОСТ 12.1.005 - 88 ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007-76 ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.010 - 76 ССБТ. Взрывобезопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.018 - 93 ССБТ. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования

ГОСТ 12.2.003 - 91 ССБТ Оборудование производственное. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.2.020 - 76 ССБТ Электрооборудование взрывозащищенное.

Классификация. Маркировка

ГОСТ 12.4.124 - 83 ССБТ. Средства защиты от статического электричества. Общие технические требования

ГОСТ 12.4.013 - 85 ССБТ. Очки защитные. Общие технические условия

ГОСТ 12.4.028-76 ССБТ. Респираторы ШБ-1 "Лепесток". Технические условия.

ГОСТ 12.4.131 - 83 Халаты женские. Технические условия

ГОСТ 12.4.132 - 83 Халаты мужские . Технические условия

ГОСТ 2874 - 82 Вода питьевая. Гигиенические требования и контроль за качеством

ГОСТ 14192-96 Маркировка грузов

ГОСТ 14618.5 Масла эфирные, вещества душистые и полупродукты их синтеза. Газохроматографический метод анализа.

ГОСТ 14618.10-78 Масла эфирные, вещества душистые и полупродукты их синтеза. Методы определения плотности и показателя преломления.

ГОСТ 19433-88 Грузы опасные. Классификация и маркировка

ГОСТ 20010 - 93 Перчатки резиновые технические. Технические условия

ДСП 201 - 97 Державні санітарні правила охорони атмосферного повітря населених місць (від забруднення хімічними і біологічними речовинами)

СП 1042 - 73 Санитарные правила организации технологических процессов и гигиенические требования к производственному оборудованию

ДСанПіН Державні санітарні норми та правила утримання територій населених місць

ДСанПіН 2.2.9.027 - 99 Санітарні правила і норми безпеки продукції парфумерно-косметичної промисловості

ДСанПіН 2.2.7.029 - 99 Гігієнічні вимоги щодо поводження з промисловими відходами та визначення їх класу небезпеки для здоров'я населення

СанПиН 4630-88 Санитарные правила и нормы охраны поверхностных вод от загрязнения.

#### 3 ОПРЕДЕЛЕНИЕ

В настоящих технических условиях применяют следующее определение:

3.1 водно-спиртовый экстракт отходов фенхеля

Продукт, который получают экстракцией водно-спиртовым раствором с концентрацией этилового спирта 60 % отходов фенхеля обыкновенного, после извлечения эфирного масла из свежеубранных растений методом дистилляции.

#### 4 ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

- 4.1 Водно-спиртовый экстракт фенхеля обыкновенного должен соответствовать требованиям настоящих технических условий.
- 4.2 По органолептическим и физико-химическим показателям водноспиртовый экстракт фенхеля обыкновенного должен соответствовать требованиям, указанным в таблице 1.

Таблица 1 — Органолептические и физико-химические показатели

Наименование показателя	Характеристика и норма	Метод испытания
Внешний вид и цвет	Прозрачная жидкость	ДСТУ 2729
		(ΓOCT 30145)
Цвет	Светло-желтый	ДСТУ 2729
		(ГОСТ 30145)
Запах	Приятный, характерный	ДСТУ 2729
	для растений фенхеля	(ГОСТ 30145)
Относительная плотность при температуре 20 °C	0,9650-0,9700	ГОСТ 14618.10
Показатель преломления при температуре 20 °C	1,5010-1,5015	ГОСТ 14618.10
Массовая доля анетола, %, не	5,0	ГОСТ 14618.5
менее		
Массовая доля фенхона, %,	3,0	ГОСТ 14618.5
не более		

#### 5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

5.1 Требования по безопасности применения водно-спиртового экстракта отходов фенхеля согласно ДСанПіН 2.2.9.027.

- 5.2 По токсичным свойствам водно-спиртовый экстракт отходов фенхеля, согласно ГОСТ 12.1.007, принадлежит к 4-му классу опасности малотоксичные и мало опасные вещества.
- 5.3 По классу опасных грузов согласно ГОСТ 19433 водно-спиртовый экстракт отходов фенхеля относится к классу опасности 9, подкласса 9.1, категории 913.
- 5.4 Производственные помещения должны быть оборудованы обще обменной приточно вытяжной вентиляцией согласно СНиП 2.04.05 и ДСТУ БА.3.2 12, в помещении должна быть питьевая вода по ГОСТ 2874 и канализация. Отопление, вентиляция и кондиционирование воздуха должны соответствовать требованиям СНиП 2.04.05. Технологическое оборудование должно соответствовать требованиям СП 1042 и ГОСТ 12.2.003.

Периодичность контроля воздуха рабочей зоны устанавливают по ГОСТ 12.1.005 .

- 5.5 Оборудование, коммуникации и емкости, применяемые для изготовления, должны быть герметичными и заземленными от статического электричества по ГОСТ 12.1.018. Электрооборудование должно быть во взрывобезопасном исполнении согласно ГОСТ 12.2.020.
- 5.6 Резервуары, технологическое оборудование, трубопроводы и сливно наливные устройства должны быть защищены от статического электричества по ГОСТ 12.1.018, ГОСТ 12.4.124.
- 5.7 В производственных условиях необходимо применять организационно технических мероприятий для обеспечения пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004, ГОСТ 12.1.010.

Средства пожаротушения: тонко распыленная вода; воздушно - механическая пена; сжиженный диоксид углерода.

- 5.8 Технологические операции по изготовлению и упаковке конкрета отходов фенхеля выполняют по СП 1042.
- 5.9 Производственный персонал должен быть обеспечен средствами индивидуальной защиты: мужскими (женскими) халатами по ГОСТ 12.4.131 или

ГОСТ 12.4.132, защитными очками по ГОСТ 12.4.013; резиновыми перчатками по ГОСТ 20010. Производственный персонал, выполняющий прием, растаривания и транспортировки в пределах предприятия должен быть обеспечен респираторами по ГОСТ 12.4.028.

## 6 ТРЕБОВАНИЯ К ОХРАНЕ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

- 6.1 Контролируют соблюдение норм выбросов вредных веществ в атмосферу согласно требованиям ДСП-201.
- 6.2 Охраняют почву от загрязнения бытовыми и промышленными отходами в соответствии с требованиями «Державних санітарних норм та правил територій населених місць».
- 6.3 Утилизируют промышленные отходы согласно требованиям ДСанПиН 2.2.7.029.
- 6.4 Охраняют поверхностные воды от загрязнения в соответствии с требованиями СанПиН 4630.

#### 7 МАРКИРОВКА

- 7.1 Маркировка водно-спиртового экстракта отходов фенхеля по ГОСТ 9069 с указанием условий хранения и срока годности.
- 7.2 Маркируют транспортную тару по ГОСТ 14192 дополнительно отмечают такую информацию:
- Наименование предприятия-изготовителя, его адрес и телефон товарный знак;
  - Название продукта;
  - Номер партии;
  - Массу брутто в килограммах;
  - Дату фасовки;
  - Обозначение настоящих технических условий.

#### 8 УПАКОВКА

Пакуют водно-спиртовый экстракт отходов фенхеля по ГОСТ 9069, для обозначения вида тары используют: - 3, 6, 7, 8, 9, 11, 18.

#### 9 ПРАВИЛА ТРАНСПОРТИРОВАНИЯ И ХРАНЕНИЯ

- 9.1 Транспортируют водно-спиртовый экстракт фенхеля всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими для данном виде транспорта.
- 9.2 Транспортные средства должны быть чистыми, сухими, без посторонних запахов.
- 9.3 Водно-спиртовый экстракт фенхеля до фасовки нужно хранить в закрытых емкостях.

#### 10 МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ

- 10.1 Отбор проб по ГОСТ 2729 или ДСТУ ISO 212. Масса средней пробы должна быть не менее  $100~\mbox{г}.$
- 10.2 Методы контроля органолептических и физико-химических по показателей водно-спиртового экстракта согласно 4.2.

#### 11 ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

Водно-спиртовый экстракт отходов фенхеля принимают по ДСТУ 2729 (ГОСТ 30145) или ДСТУ ISO 212.

#### 12 ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

- 12.1 Изготовитель гарантирует соответствие качества водно-спиртового экстракта отходов фенхеля требованиям настоящих технических условий при соблюдении условий транспортирования и хранения.
- 12.2 Гарантийный срок хранения водно-спиртового экстракта фенхеля составляет 12 мес с момента изготовления.

# Приложение Г КОНКРЕТ ОТХОДОВ ФЕНХЕЛЯ ОБЫКНОВЕННОГО

Технические условия

# ЮЖНЫЙ ФИЛИАЛ НАЦИОНАЛЬНОГО УНИВЕРСИТЕТА БИОРЕСУРСОВ И ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЯ УКРАИНЫ «КРЫМСКИЙ АГРОТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»

## конкрет отходов фенхеля

Технические условия
ТУ У 24.6-3081314841.001:2013
(на партию 5000 кг)

#### РАЗРАБОТАНО:

Доцент ка	афедры технологии и
оборудов	ания производства
жиров, и э	фирного масла
Just	Л.А. Тимашева
« »	2013 г.
технологи	ка кафедры ии и оборудования ства жиров и
эфирного	•
Eee P	Е.В. Горбунова
« »	2013 г.

# СОДЕРЖАНИЕ

1 Область применения	3
2 Нормативные ссылки	3
3 Термины и определения	5
4 Технические требования	6
5 Требования безопасности	6
6 Требования к охране окружающей среды	8
7 Маркировка	8
8 Упаковка	9
9 Правила транспортирования и хранения	9
10 Методы контроля	9
11 Правила приемки	15
12 Гарантии изготовителя	15

#### 1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящие технические условия распространяются на конкрет отходов фенхеля и устанавливают технические требования по оценке его качества.

Конкрет отходов фенхеля применяют в парфюмерно-косметической промышленности.

Требования по безопасности продукции приведены в разделах 5 и 6.

#### 2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В этих технических условиях приведены ссылки на такие нормативные документы:

ДСТУ 2729-94 (ГОСТ 30145-94) Олії ефірні та продукти ефіроолійного виробництва. Правила приймання, відбір проб та методи органолептичних випробувань

ДСТУ4221:2003 Спирт етиловий ректифікований. Технічні умови

ДСТУ ГОСТ 7328:2003 Гирі. Загальні технічні умови

ДСТУ ISO 212 – 2002 Олії ефірні. Відбирання проб

ДСТУ Б А.3.2-12:2009 Система стандартів безпеки праці. Системи вентиляційні. Загальні вимоги

ГОСТ 12.1.004 - 91 ССБТ. Пожарная безопасность.

ГОСТ 12.1.005 - 88 ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007-76 ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности ·

ГОСТ 12.1.010 - 76 ССБТ. Взрывобезопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.018 - 93 ССБТ. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования

ГОСТ 12.2.003 - 91 ССБТ Оборудование производственное. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.2.020 - 76 ССБТ Электрооборудование взрывозащищенное. Классификация. Маркировка ГОСТ 12.4.013 - 85 ССБТ. Очки защитные. Общие технические условия ГОСТ 12.4.028-76 ССБТ. Респираторы ШБ-1 "Лепесток". Технические условия.

ГОСТ 12.4.124 - 83 ССБТ. Средства защиты от статического электричества. Общие технические требования

ГОСТ 12.4.131 - 83 Халаты женские. Технические условия

ГОСТ 12.4.132 - 83 Халаты мужские . Технические условия

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2405-88 Манометры, вакуумметры, мановакуумметры, напорометры, тягомеры и тягонапорометры. Общие технические условия

ГОСТ 2874 - 82 Вода питьевая. Гигиенические требования и контроль за качеством

ГОСТ 9069-73 Масла эфирные, вещества душистые и полупродукты их синтеза, косметическое сырье. Упаковка, маркировка, транспортирование и хранение

ГОСТ 9147-80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 12026-76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия ГОСТ 14618.11-78 Масла эфирные, вещества душистые и полупродукты их синтеза. Методы определения растворимости, летучих веществ и примесей

ГОСТ 14192-96 Маркировка грузов

ГОСТ 17811 - 78 Мешки полиэтиленовые для химической продукции. Технические условия

ГОСТ 19433-88 Грузы опасные. Классификация и маркировка

ГОСТ 20010 - 93 Перчатки резиновые технические. Технические условия

ГОСТ 24104-88 Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 28498-90 Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний

ДСанПіН Державні санітарні норми та правила утримання територій населених місць

ДСанПіН 2.2.7.029 - 99 Гігієнічні вимоги щодо поводження з промисловими відходами та визначення їх класу небезпеки для здоров'я населення

ДСанПіН 2.2.9.027 - 99 Санітарні правила і норми безпеки продукції парфумерно-косметичної промисловості

ДСП 201 - 97 Державні санітарні правила охорони атмосферного повітря населених місць (від забруднення хімічними і біологічними речовинами)

СанПиН 4630-88 Санитарные правила и нормы охраны поверхностных вод от загрязнения

СНиП 2.04.05 - 91 Отопление, вентиляция и кондиционирование

СП 1042 - 73 Санитарные правила организации технологических процессов и гигиенические требования к производственному оборудованию.

#### 3 ТЕРМИНЫ И ОПРЕДЕЛЕНИЯ

В настоящих технических условиях применяют следующие определения:

3.1 конкрет отходов фенхеля

Продукт, который получают методом экстракции углеводородным растворителем отходов фенхеля после извлечения эфирного масла из свежеубранных растений фенхеля методом паровой дистилляции.

3.2 абсолю

Продукт с запахом, характерным для свежих растений фенхеля, полученный из конкрета экстракцией этиловым спиртом

3.3 воск

Часть конкрета, которая нерастворима в этиловом спирте.

#### 4 ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

- 4.1 Конкрет отходов фенхеля должен соответствовать требованиям настоящих технических условий и вырабатываться по технологической документации, утвержденной в установленном порядке.
- 4.2 По органолептическим и физико-химическим показателям конкрет отходов фенхеля должен соответствовать требованиям, указанным в таблице 1.

Таблица 1 — Органолептические и физико-химические показатели

Наименование	Характеристика и норма	Метод контроля
показателя Внешний вид и цвет	Густая мазеобразная масса темно-зеленого цвета с буроватым оттенком	ДСТУ 2729 (ГОСТ 30145)
Запах	Сухого сена с медовым оттенком	ДСТУ 2729 (ГОСТ 30145)
Массовая доля летучих с водяным паром веществ, %	3,0-9,0	10.3
Массовая доля абсолю, не менее	60,0	10.4
Массовая доля растворителя, %, не более	3,0	10.5

#### 5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

- 5.1 Требования по безопасности применения конкрета отходов фенхеля согласно ДСанПіН 2.2.9.027.
- 5.2 По токсичным свойствам конкрет отходов фенхеля, согласно ГОСТ 12.1.007, принадлежит к 4-му классу опасности малотоксичные и мало опасные вещества.
- 5.3 По классу опасных грузов согласно ГОСТ 19433 конкрет отходов фенхеля относится к классу опасности 9, подкласса 9.1, категории 913.
- 5.4 Производственные помещения должны быть оборудованы обще обменной приточно вытяжной вентиляцией согласно СНиП 2.04.05 и ДСТУ БА.3.2 12, в помещении должна быть питьевая вода по ГОСТ 2874 и

канализация. Отопление, вентиляция и кондиционирование воздуха должны соответствовать требованиям СНиП 2.04.05. Технологическое оборудование должно соответствовать требованиям СП 1042 и ГОСТ 12.2.003.

Периодичность контроля воздуха рабочей зоны устанавливают по ГОСТ 12.1.005.

- 5.5 Оборудование, коммуникации и емкости, применяемые для изготовления, должны быть герметичными и заземленными от статического электричества по ГОСТ 12.1.018. Электрооборудование должно быть во взрывобезопасном исполнении согласно ГОСТ 12.2.020.
- 5.6 Резервуары, технологическое оборудование, трубопроводы и сливно наливные устройства должны быть защищены от статического электричества по ГОСТ 12.1.018, ГОСТ 12.4.124.
- 5.7 В производственных условиях необходимо применять организационно технических мероприятий для обеспечения пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004, ГОСТ 12.1.010.

Средства пожаротушения: тонко распыленная вода; воздушно -механическая пена; сжиженный двиоксид углерода.

- 5.8 Технологические операции по изготовлению и упаковке конкрета отходов фенхеля выполняют по СП 1042.
- 5.9 Производственный персонал должен быть обеспечен средствами индивидуальной защиты: мужскими ( женскими ) халатами по ГОСТ 12.4.131 или ГОСТ 12.4.132, защитными очками по ГОСТ 12.4.013; резиновыми перчатками по ГОСТ 20010. Производственный персонал, выполняющий прием, распаковку и транспортировку в пределах предприятия должен быть обеспечен респираторами по ГОСТ 12.4.028.

### 6 ТРЕБОВАНИЯ К ОХРАНЕ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

6.1 Контролируют соблюдение норм выбросов вредных веществ в атмосферу согласно требованиям ДСП-201.

- 6.2 Охраняют почву от загрязнения бытовыми и промышленными отходами в соответствии с требованиями «Державних санітарних норм та правил територій населених місць».
- 6.3 Утилизируют промышленные отходы согласно требованиям ДСанПиН 2.2.7.029.
- 6.4 Охраняют поверхностные воды от загрязнения в соответствии с требованиями СанПиН 4630.

#### 7 МАРКИРОВКА

- 7.1 Маркировка конкрета отходов фенхеля по ГОСТ 9069 с указанием условий хранения и срока годности.
- 7.2 Маркируют транспортную тару по ГОСТ 14192 дополнительно отмечают такую информацию:
- Наименование предприятия-изготовителя, его адрес и телефон товарный знак;
  - Название продукта;
  - Номер партии;
  - Массу брутто в килограммах;
  - Дату фасовки;
    - Обозначение настоящих технических условий.

#### 8 УПАКОВКА

Пакуют конкрет отходов фенхеля по ГОСТ 9069, для обозначения вида тары используют: - 3 , 6 , 7, 8 , 9, 11 , 18 , а также в полиэтиленовые мешки по ГОСТ 17811.

#### 9 ПРАВИЛА ТРАНСПОРТИРОВАНИЯ И ХРАНЕНИЯ

9.1 Транспортируют конкрет отходов фенхеля всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими для данном виде транспорта.

- 9.2 Транспортные средства должны быть чистыми, сухими, без посторонних запахов.
- 9.3 Конкрет отходов фенхеля до фасовки нужно хранить в закрытых емкостях.

#### 10 МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ

10.1 Отбор проб по ДСТУ 2729 или ДСТУ ISO 212.

Масса средней пробы должна быть не менее 100 г.

- 10.2 Методы контроля органолептических и физико-химических показателей качества конкрета отходов фенхеля согласно 4.2.
- 10.3 Определение массовой доли веществ, летящих с насыщенным водяным паром, методом дистилляции
  - 10.3.1 Сущность метода

Метод заключается в способности компонентов эфирного масла конкрета фенхеля лететь с насыщенными водяными парами при дистилляции с последующей конденсацией пара в обратном холодильнике.

10.3.2 Методика и правила проведения

Определение проводят по ГОСТ 14618.11 со следующим дополнением.

Время нагрева колбы с содержимым на песчаной бане должна быть не меньше 4 час. Среднее значение относительной плотности эфирного масла фенхеля обыкновенного для расчета - 0,968.

- 10.4 Определение массовой доли абсолю весовым методом
- 10.4.1 Сущность метода

Метод заключается в удалении абсолютного масла конкрета отходов фенхеля растворением в этиловом спирте с последующим вымораживанием воска из раствора и удалением растворителя. Полученное абсолю взвешивают.

10.4.2 Средства и вспомогательные устройства

Весы лабораторные общего назначения 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104.

Баня водяная с терморегулятором или испаритель ротационный типа ИР-1 M2 согласно действующим нормативным документом.

Вакуумный насос любого типа, обеспечивающий остаточное давление, отвечающий требованиям проведения измерения согласно действующему нормативному документу.

Холодильник бытовой или воронка для фильтрования с рубашкой из смеси, охлаждающей, или прибор, обеспечивающий поддержание необходимой температуры, согласно действующим нормативным документам.

Вакуумметр с верхней границей остаточного давления 0,15 МПа согласно ГОСТ 2405.

Термометр жидкостной стеклянный с диапазоном измерения температуры от минус 38  $^{0}$ C до 0  $^{0}$ C, с ценой деления 1  $^{0}$ C по ГОСТ 28498.

Колбы Кн- 2 -250, Кн- 2-500, Кн- 2 -100 ТС по ГОСТ 25336.

Колба Вюрца КП- 2 -100 и КП - 2-500 ТС по ГОСТ 25336.

Колба с тубусом (Бунзена) 1-250 по ГОСТ 25336.

Воронка Бюхнера по ГОСТ 9147.

Стакан В- 1 -250 ТС и В- 1- 400 ТС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1 - 100 ( 250 ) по ГОСТ 1770.

Спирт этиловый ректификованный по ДСТУ 4221.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Палочка стеклянная.

Разрешено использовать другие средства измерения с аналогичными или более высокими техническими и метрологическими характеристиками, а также реактивы по качеству не хуже указанных. Все средства измерений должны быть проверены.

#### 10.4.3 Методика и правила проведения

Навеску конкрета массой  $(10,00 \pm 0,10)$  г помещают в стеклянный стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>. Результат взвешивания в граммах записывают с точностью до второго десятого знака. К навеске добавляют 100 см<sup>3</sup> этилового спирта концентрации 96 % (по объему) (далее по тексту спирт). Содержимое

тщательно перемешивают палочкой до полного растворения конкрета. Если конкрет плохо поддается растворению, стакан с содержимым нагревают до температуры  $(40 \pm 5)$   $^{0}$ C на водяной бане, перемешивая содержимое. После этого стакан со спиртовым раствором выдерживают в течение (60-90) мин при температуре от минус 10  $^{0}$ C до минус 12  $^{0}$ C, периодически перемешивая содержимое.

После вымораживания и выпадения воска в осадок смесь фильтруют под вакуумом на воронке Бюхнера при температуре  $(20 \pm 5)$   $^{0}$ С. Для этого на дно воронки кладут бумажный фильтр с диаметром, равным диаметру воронки, смачивают его спиртом, включают вакуумный насос и проверяют фильтр на прочность. Смесь из стакана переносят на фильтр. В этом случае вакуум делают сначала небольшим - от 86,5 кПа до 93,2 кПа или от 0,86 кгс/см2 до 0,92 кгс/см2. Постепенно вакуум снижают - от 33,3 кПа до 40,0 кПа или от 0,33 кгс/см $^{2}$  до 0,40,0 кгс/см $^{2}$  и заканчивают фильтрации.

Воск остается на фильтре, должен растрескиваться и легко отделятся от фильтра. Фильтрат сливают в чистую колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>. Воск, оставшийся на фильтре, снова помещают в стакан, добавляют 100 см<sup>3</sup> спирта, тщательно перемешивают и снова выдерживают при температуре от минус 10 °C до минус 12 °C, периодически (4-5 раз) перемешивая содержимое в течение часа. Охлажденную смесь фильтруют через бумажный фильтр на воронке Бюхнера. Фильтрат объединяют с первым, а воск подвергают третий обработке, как первые два раза.

Спиртовой раствор после трех обработок объединяют и выдерживают в течение ( $30 \pm 5$ ) мин при температуре от минус  $10~^{0}$ С до минус  $12~^{0}$ С. Если во время этого в растворе появляется осадок или он мутнеет, то раствор фильтруют так же как первые три раза.

После последнего фильтрования спирт удаляют из раствора под вакуумом, применяя колбу Вюрца или ротационный испаритель. Пустые колбы взвешивают перед началом работы. Удаление спирта осуществляют при следующих условиях:

остаточное давление (26,6-33,2) кПа или (0,27-0,33) кгс/см $^2$ , температура пара летит -(50  $\pm$  5)  $^0$ C, остаток раствора в колбе (75-80 ) см $^3$ .

В случае применения колбы Вюрца оставшийся раствор переносят в пустую взвешенную колбу. Колбу, в которой проводили выпаривания, и капилляр промывают чистым спиртом. Окончательное удаление спирта проводят при остаточном давлении (13,3-20,0) кПа или (0,13-0,20) кгс/см $^2$ , температура пара летит - (45 ± 5)  $^0$ C.

После полного удаления спирта, признаком чего является отсутствие растворителя в виде пара и жидкости в трубке холодильника и наличие пены на поверхности абсолю, постепенно открывают воздушную линию. Когда вакуум достигать (93,2-86,5) кПа или (0,93-0,86) кгс/см<sup>2</sup>, выключают вакуумный насос.

Удаление спирта считают законченным, если результаты двух последовательных взвешиваний после повторной обработки абсолю под вакуумом в течение (5-10) мин при конечных режимах, приведенных выше, не будут отличаться более чем на 0,01 г.

#### 10.4.4 Правила обработки результатов

Массовую долю абсолю Х в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \frac{m_1}{m_2} 100 \,, \tag{1}$$

где т<sub>1</sub> - масса навески абсолю, г;

m<sub>2</sub> - масса навески конкрета, г.

#### 10.4.5 Правила оформлению результатов

Вычисление проводят с точностью до второго десятичного знака, со следующим округлением результата до первого десятичного знака. Результат вычисления записывают в рабочий журнал в свободной форме.

#### 10.4 6 Допустимая погрешность

За результат измерения принимают среднее арифметическое из двух параллельных определений, расхождение между которыми (сходимость измерения) не должна превышать 1,0 %. Абсолютная погрешность результата измерения при доверительной вероятности P = 0,95 не должна превышать  $\pm 3,0$  %.

10.5 Определение массовой доли растворителя весовым методом

#### 10.5.1 Сущность метода

Метод заключается в удалении растворителя из конкрета отходов фенхеля отгонкой растворителя под вакуумом. Массу растворителя определяют по разнице взвешивания колбы с конкретом до и после удаления растворителя.

#### 10.5.2 Средства и вспомогательные устройства

Весы лабораторные общего назначения 4-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ 24104 .

Вакуумметр с верхней границей остаточного давления  $0,15~\mathrm{M}\Pi \mathrm{a}$  согласно  $\Gamma \mathrm{OCT}$   $2405~\mathrm{.}$ 

Баня водяная или колбонагреватель с закрытым электронагревателем или испаритель ротационный типа ИР -1 M2 согласно действующим нормативным документом.

Вакуумный насос любого типа, обеспечивающий остаточное давление, отвечающий требованиям проведения измерения, согласно действующим нормативным документом.

Термометр жидкостной стеклянный с диапазоном измерения температуры от минус 38  $^{0}$ C до 0  $^{0}$ C, с ценой деления 1  $^{0}$ C, по  $\Gamma$ OCT 28498.

Колба Вюрца КП- 2 -100 TC или K-2 -100 TC по ГОСТ 25336.

Допускается использовать другие средства измерения с аналогичными или более высокими техническими и метрологическими характеристиками, а также реактивы по качеству не хуже указанных. Все средства измерений должны быть проверены.

#### 10.5.3 Методика и правила проведения

Навеску конкрета отходов фенхеля массой  $(50,0\pm0,5)$  г помещают в предварительно взвешенную (вместе с капилляром и пробкой) колбу Вюрца емкостью  $100~{\rm cm}^3$  или колбу. Результат взвешивания записывают с точностью до второго десятичного знака. Колбу присоединяют к вакуумному насосу.

Отгонку растворителя проводят при температуре  $(50 \pm 5)$  <sup>0</sup>C насыщенного пара, и остаточного давления 10,7 кПа  $(0,10 \text{ кгс/cm}^2)$  в течение  $(20 \pm 5)$  мин с обязательным перемешиванием содержимого колбы (для колбы Вурца перемешивание проводят

путем барботирования воздуха через капилляр). По истечению времени постепенно снижают вакуум, выключают вакуумный насос, охлаждают колбу до температуры окружающей среды и взвешивают. Результаты взвешивания записывают с точностью до третьего десятичного знака с последующим округлением до второго десятичного знака.

- 10.5.4 Правила обработки результатов
- 10.5.4.1 Массовую долю растворителя X в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(m_1 - m_2)}{m_1} 100 \tag{2}$$

где  $m_1$  - масса навески конкрета до отгонки растворителя, г;

та - масса навески конкрета после отгонки растворителя, г.

#### 10.5.5 Правила оформлению результатов

Вычисление проводят с точностью до второго десятичного знака, со следующим округлением результата до первого десятичного знака. Результат определения записывают в рабочем журнале в свободной форме.

#### 10.5.6 Допустимая погрешность

За результат измерения принимают среднее арифметическое из двух параллельных определений, расхождение между которыми (сходимость измерения) не должно превышать 0.3 %. Абсолютная погрешность результата измерения не должна превышать  $\pm 0.5$  % при доверительной вероятности P=0.95.

#### 11 ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

Конкрет отходов фенхеля принимают по ДСТУ 2729 (ГОСТ 30145) или ДСТУ ISO 212.

#### 12 ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

- 12.1 Изготовитель гарантирует соответствие качества конкрета отходов фенхеля требованиям настоящих технических условий при соблюдении условий транспортирования и хранения.
- 12.2 Гарантийный срок хранения конкрета отходов фенхеля составляет 12 мес с момента изготовления

# Приложение Д ВОСК ФЕНХЕЛЯ ОБЫКНОВЕНОГО

Технические условия

# ЮЖНЫЙ ФИЛИАЛ НАЦИОНАЛЬНОГО УНИВЕРСИТЕТА БИОРЕСУРСОВ И ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЯ УКРАИНЫ «КРЫМСКИЙ АГРОТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»



#### ВОСК ФЕНХЕЛЯ ОБЫКНОВЕННОГО

Технические условия
ТУ У 24.6-3081314841.003:2013
(на партию 100 кг)

#### РАЗРАБОТАНО:

Доцент ка	федры технологии и
оборудова	ния производства
	рирного масла
til	Л.А. Тимашева
« »	2013 г.
технологи	ка кафедры и и оборудования гва жиров и масла Е.В. Горбунова
« »	2013 г.

# СОДЕРЖАНИЕ

1 Область применения	3
2 Нормативные ссылки	3
3 Определения	5
4 Технические требования	5
5 Требования безопасности	6
6 Требования к охране окружающей среды	7
7 Маркировка	7
8 Упаковка	8
9 Правила транспортирования и хранения	8
10 Методы контроля	8
11 Правила приемки	8
12 Гарантии изготовителя	8

#### 1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящие технические условия распространяются на воск фенхеля обыкновенного и устанавливают технические требования по оценке его качества.

Воск фенхеля обыкновенного применяют в косметической промышленности.

Требования по безопасности продукции приведены в разделах 5 и 6.

#### 2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В этих технических условиях приведены ссылки на такие нормативные документы:

ДСТУ 2727-94 (ГОСТ 30144-94) Олії ефірні та продукти ефіроолійного виробництва. Метод визначення ефірного числа.

ДСТУ 2728-94 (ГОСТ 30143-94) Олії ефірні та продукти ефіроолійного виробництва. Метод визначення кислотного числа.

ДСТУ 2729-94 (ГОСТ 30145-94) Олії ефірні та продукти ефіроолійного виробництва. Правила приймання, відбір проб та методи органолептичних випробувань.

ДСТУ ISO 212 – 2002 Олії ефірні. Відбирання проб

ДСТУ ISO 356 – 2002 Олії ефірні. Підготування проб до випробовування.

ГОСТ 12.1.007-76 ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

СНиП 2.04.05 - 91 Отопление, вентиляция и кондиционирование

ДСТУ Б А.3.2-12:2009 Система стандартів безпеки праці. Системи вентиляційні. Загальні вимоги

ГОСТ 12.1.005 - 88 ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.010 - 76 ССБТ. Взрывобезопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.018 - 93 ССБТ. Пожаровзрывобезопасность статического электричества. Общие требования

ГОСТ 12.2.003 - 91 ССБТ Оборудование производственное. Общие

требования безопасности

СТ 12.2.020 - 76 ССБТ Электрооборудование взрывозащищенное. Классификация. Маркировка

ГОСТ 12.4.013 - 85 ССБТ. Очки защитные. Общие технические условия

ГОСТ 12.4.124 - 83 ССБТ. Средства защиты от статического электричества. Общие технические требования

ГОСТ 12.4.131 - 83 Халаты женские. Технические условия

ГОСТ 12.4.132 - 83 Халаты мужские . Технические условия

ГОСТ 2874 - 82 Вода питьевая. Гигиенические требования и контроль за качеством

ГОСТ 6793 Нефтепродукты. Метод определения температуры каплепадения ГОСТ 9069-73 Масла эфирные, вещества душистые и полупродукты их синтеза, косметическое сырье. Упаковка, маркировка, транспортирование и хранение

ГОСТ 14192-96 Маркировка грузов

ГОСТ 14618.6-78 Масла эфирные, вещества душистые и полупродукты их синтеза. Методы определения воды

ГОСТ 17811 - 78 Мешки полиэтиленовые для химической продукции. Технические условия

ГОСТ 20010 - 93 Перчатки резиновые технические. Технические условия

ДСП 201 - 97 Державні санітарні правила охорони атмосферного повітря населених місць (від забруднення хімічними і біологічними речовинами)

СП 1042 - 73 Санитарные правила организации технологических процессов и гигиенические требования к производственному оборудованию

ДСанПіН Державні санітарні норми та правила утримання територій населених місць

ДСанПіН 2.2.9.027 - 99 Санітарні правила і норми безпеки продукції парфумерно-косметичної промисловості

ДСанПіН 2.2.7.029 - 99 Гігієнічні вимоги щодо поводження з промисловими відходами та визначення їх класу небезпеки для здоров'я населення

СанПиН 4630-88 Санитарные правила и нормы охраны поверхностных вод от загрязнения.

#### 3 ОПРЕДЕЛЕНИЕ

В настоящих технических условиях применяют следующее определение:

3.1 воск фенхеля обыкновенного

Часть конкрета, которая нерастворима в этиловом спирте и является отходом при получении абсолю из конкрета фенхеля.

#### 4 ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

- 3.1Воск фенхеля обыкновенного (далее воск фенхеля) должен соответствовать требованиям настоящих технических условий.
- 3.2 По органолептическим и физико-химическим показателям воск фенхеля должен соответствовать требованиям, указанным в таблице 1.

Таблица 1 — Органолептические и физико-химические показатели

Наименование	Характеристика и норма	Метод испытания
показателя		
Внешний вид	Густая мазеобразная	ДСТУ 2729
	масса	(ΓOCT 30145)
Цвет	Белый со слегка	ДСТУ 2729
	кремовым оттенком	(ГОСТ 30145)
Запах	Характерный для	ДСТУ 2729
	растений фенхеля	(ГОСТ 30145)
Температура каплепадения, ${}^{0}C$	50-60	ГОСТ 6793
Кислотное число,	5-40	ДСТУ 2728
мг КОН/г		(ГОСТ 30143)
Эфирное число, мг	50-80	ДСТУ 2727
КОН/г		(ГОСТ 30144)
Массовая доля воды, % не более	0,5	ГОСТ 14618.6, разд.3

**Примечание:** Показатель «Температура каплепадения, <sup>0</sup>С» определяют по требованию потребителя.

#### 5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

- 5.1 Требования по безопасности применения воска фенхеля согласно ДСанПіН 2.2.9.027.
- 5.2 По токсичным свойствам воск фенхеля, согласно ГОСТ 12.1.007, принадлежит к 4-му классу опасности малотоксичные и мало опасные вещества.
- 5.3 Производственные помещения должны быть оборудованы обще обменной приточно вытяжной вентиляцией согласно СНиП 2.04.05 и ДСТУ БА.3.2 12, в помещении должна быть питьевая вода по ГОСТ 2874 и канализация. Отопление, вентиляция и кондиционирование воздуха должны соответствовать требованиям СНиП 2.04.05. Технологическое оборудование должно соответствовать требованиям СП 1042 и ГОСТ 12.2.003.

Периодичность контроля воздуха рабочей зоны устанавливают по ГОСТ 12.1.005.

- 5.4 Оборудование, коммуникации и емкости, применяемые для изготовления, должны быть герметичными и заземленными от статического электричества по ГОСТ 12.1.018. Электрооборудование должно быть во взрывобезопасном исполнении согласно ГОСТ 12.2.020.
- 5.5 Резервуары , технологическое оборудование , трубопроводы и сливно наливные устройства должны быть защищены от статического электричества по ГОСТ 12.1.018, ГОСТ 12.4.124.
- 5.6 В производственных условиях необходимо применять организационно технических мероприятий для обеспечения пожарной безопасности по

ΓΟCT 12.1.010.

Средства пожаротушения: тонко распыленная вода; воздушно-механическая пена; сжиженный диоксид углерода.

- 5.7 Технологические операции по изготовлению и упаковке воска фенхеля выполняют по СП 1042.
- 5.8 Производственный персонал должен быть обеспечен средствами индивидуальной защиты: мужскими (женскими) халатами по ГОСТ 12.4.131 или

ГОСТ 12.4.132, защитными очками по ГОСТ 12.4.013; резиновыми перчатками по ГОСТ 20010.

#### 6 ТРЕБОВАНИЯ К ОХРАНЕ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

- 6.1 Контролируют соблюдение норм выбросов вредных веществ в атмосферу согласно требованиям ДСП-201.
- 6.2 Охраняют почву от загрязнения бытовыми и промышленными отходами в соответствии с требованиями «Державних санітарних норм та правил територій населених місць».
- 6.3 Охраняют поверхностные воды от загрязнения в соответствии с требованиями СанПиН 4630.
- 6.4 Утилизируют промышленные отходы согласно требованиям ДСанПиН 2.2.7.029.

#### 7 МАРКИРОВКА

- 7.1 Маркировка воска фенхеля по ГОСТ 9069 с указанием условий хранения и срока годности.
- 7.2 Маркируют транспортную тару по ГОСТ 14192 дополнительно отмечают такую информацию:
- Наименование предприятия-изготовителя, его адрес и телефон товарный знак;
  - Название продукта;
  - Номер партии;
  - Массу брутто в килограммах;
  - Дату фасовки;
  - Обозначение настоящих технических условий.

#### 8 УПАКОВКА

Пакуют воск фенхеля по ГОСТ 9069, для обозначения вида тары используют: - 3, 6, 7, 8, 9, 11, 18, а также в полиэтиленовые мешки по ГОСТ 17811.

#### 9 ПРАВИЛА ТРАНСПОРТИРОВАНИЯ И ХРАНЕНИЯ

- 9.1 Транспортируют воск фенхеля всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими для данном виде транспорта.
- 9.2 Транспортные средства должны быть чистыми, сухими, без посторонних запахов.

#### 10 МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ

- 10.1 Отбор проб по ДСТУ 2729 или ДСТУ ISO 212. Масса средней пробы должна быть не менее 100 г.
- 10.2 Методы контроля органолептических и физико-химических показателей качества воска фенхеля согласно 4.2.

#### 11 ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

9.1 Приемка воска фенхеля по ДСТУ 2729 (ГОСТ 30145) или ДСТУ ISO 212.

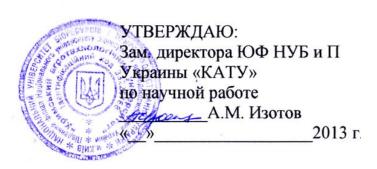
#### 12 ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

- 12.1 Изготовитель гарантирует соответствие качества воска фенхеля требованиям настоящих технических условий при соблюдении условий транспортирования и хранения.
- 12.2 Гарантийный срок хранения воска фенхеля составляет 36 мес с момента изготовления.

# Приложение Е

# ТЕХНОЛОГИЧЕСКАЯ ИНСТРУКЦИЯ по производству водно-спиртового экстракта фенхеля

# ЮЖНЫЙ ФИЛИАЛ НАЦИОНАЛЬНОГО УНИВЕРСИТЕТА БИОРЕСУРСОВ И ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЯ УКРАИНЫ «КРЫМСКИЙ АГРОТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»



#### ТЕХНОЛОГИЧЕСКАЯ ИНСТРУКЦИЯ

по производству водно-спиртового экстракта фенхеля ТИ 24.6-3081314841.001:2013

#### РАЗРАБОТАНО:

дры технологии и
я производства
рного масла
Л.А. Тимашева
2013 г.
кафедры и оборудования
кафедры 4 оборудования
а жиров и
сла
Е.В. Горбунова
2013 г.
֡֜֜֜֜֜֜֜֜֜֜֜֜֜֜֜֜֜֜֜֜֜֜֜֜֜֜֜֜֜֜֜֜֜֜֜֜

Симферополь - 2013

# СОДЕРЖАНИЕ

1 Общая характо	еристика пр	оизводства			3
2 Характеристин	ка готовой г	іродукции			3
3 Характеристин	ка сырья и м	иатериалов			3
4 Материальные	расчеты				4
5 Схема материа	ального пот	ока		• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	5
6 Технологическ	сая схема пр	ооизводства			5
7 Технологическ	кий процесс	;	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	6
7.1 Описание те	хнологичес	кого процесса.		• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	6
7.2 Нормы техно	ологическог	о процесса	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	•••••	8
7.3 Материальн	ый баланс				9
8 Основные треб	бования к то	ехнологическо	му процессу		10
9 Основные треб	бования без	опасности к те	хнологическом	у процессу	10
9.1 Перечень	основных	нормативных	материалов,	требования	
которые	определян	от без	вопасность	ведения	
процесса			• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •		10
9.2 Общие требо	вания безо	пасности к тех	нологическому	процессу	11
9.3 Вредные для	здоровья в	ещества	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	•••••	14
10 Контроль про	оизводства.				16
Список использ	ованных ис	гочников			17

#### 1 ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА ПРОИЗВОДСТВА

Производство водно-спиртового экстракта фенхеля обыкновенного осуществляется экстрагированием в противоточном перемешивании сырья и экстрагента.

Норма производительности экстрактора в час основного времени по отходам фенхеля обыкновенного после извлечения эфирного масло методом дистилляции — 80 кг.

## 2 ХАРАКТЕРИСТИКА ГОТОВОЙ ПРОДУКЦИИ

- 2.1Водно-спиртовый экстракт фенхеля прозрачная жидкость светложелтого цвета с приятным запахом, характерным для растений фенхеля.
- 2.2Относительная плотность экстракта от 0,9650-0,9660, показатель преломления 1,5010-1,5015, массовая доля анетола не менее 5,0 %, массовая доля фенхона не более 3,0 %.
- 2.3Водно-спиртовый экстракт фенхеля обыкновенного применяется в парфюмерно-косметической промышленности.

#### З ХАРАКТЕРСТИКА СЫРЬЯ И МАТЕРИАЛОВ

- 3.1 Сырьем для производства водно-спиртового экстракта являются отходы фенхеля после извлечения эфирного масла. Отходы фенхеля представляют собой измельченное растение зеленовато-коричневого цвета с размером фракции 2-3 см и с влажностью от 8 % до 10 %.
- 3.2 В качестве растворителя используют 96 % этиловый спирт по ДСТУ 4221:2003. Этот растворитель не вызывает коррозии оборудования, доступен как многотоннажный продукт химической промышленности, имеет относительно низкую температуру кипения. Этиловый спирт является хорошим консервантом и экологически безопасен, что позволяет получать на его основе

продукты для парфюмерно-косметической промышленности, так и для медицины.

# 4 МАТЕРИАЛЬНЫЕ РАСЧЕТЫ

Нормы расхода сырья и материалов на производство 1 кг продукции приведены в таблице 1.

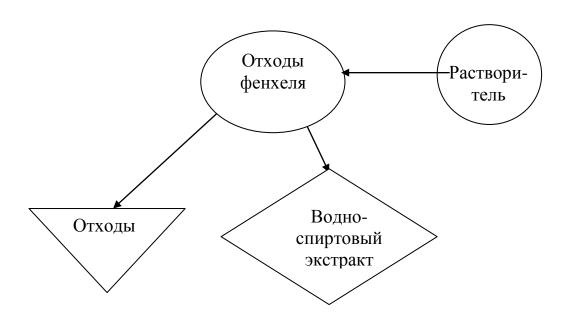
Таблица 1— Расход сырья и материалов

Наименование сырья и материалов,	Нормы расхода на 1 кг конкрета
единицы измерения	фенхеля обыкновенного
Сырье, кг	0,14
Растворитель, кг	1,54
Вода, м <sup>3</sup>	0,56
Электроэнергия, кВт/ч	0,01

#### Примечание:

Нормы расхода рассчитаны при массовой доле водно-спиртового экстракта фенхеля 0,65 %.

#### 5 СХЕМА МАТЕРИАЛЬНОГО ПОТОКА



#### Условия обозначения:

- сырье и материалы;
- готовый продукт;
- ∨ отход неиспользуемый.

#### 6 ТЕХНОЛОГИЧЕСКАЯ СХЕМА ПРОИЗВОДСТВА

Сырье из площадки доставляют в цех экстракции, определяют его качество на соответствие требованиям нормативной документации (п.3.1. настоящей инструкции) и по мере необходимости подают на переработку.

Экстракцию сырья осуществляют в непрерывном в шнековом экстракторе с противоточным перемешиванием сырья и экстрагента. (Рисунок 1).

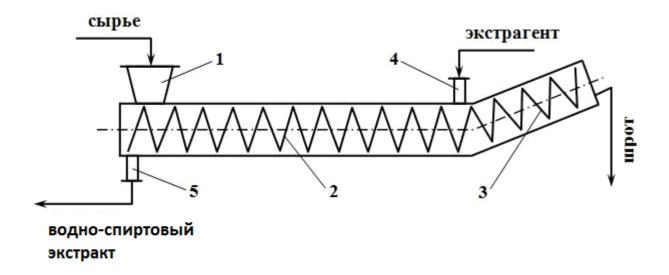


Рисунок 1— Схема шнекового горизонтального экстрактора: 1-загрузочное устройство, 2-шнек, 3-наклонный шнек, 4,5-патрубок

### 7 ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ ПРОЦЕСС

#### 7.1 Описание технологического процесса

Отходы фенхеля, поступают в загрузочный бункер экстрактора (1). Далее сырье непрерывно движется с помощью шнека (2), выполненного из листового перфорированного кислотоустойчивого материала, к противоположному концу корпуса экстрактора, где с помощью наклонного шнека (3) освобождается от экстрагента и выгружается в бункер-накопитель и по мере заполнения бункера отходами производят их выгрузку в транспортное средство. Навстречу сырью через патрубок 4 подается водно-спиртовый раствор, который движется через отверстия перфорации и зазоры корпуса шнека к патрубку (5). Степень истощения сырья регулируется скоростью подачи экстрагента и сырья, длиной корпуса экстрактора.

#### 7.1.2 Порядок работы экстракции

Заполнить сборник водно-спиртовой смесью. Заполнение вести до тех пор, пока расходный сборник не наполнится на половину вместимости.

На экстракторе провести пусковые операции в соответствии с п. 7.1.2 настоящей инструкции.

Включить все автоматические выключатели в электрошкафах и установить рукоятку рубильника на правой боковине шкафа в положении «ВКЛ».

Убедится в наличии напряжения в схеме управления кратковременным нажатием кнопки «СИГНАЛ-ОПРОБОВАНИЕ», при этом должны загореться светосигнальные приборы на пульте и зазвучать сирена.

Включить привод экстрактора. Подать сырье в загрузочный узел экстрактора. Вариатором отрегулировать число оборотов шнека загрузки на необходимую для данного сырья производительность.

Заполнить шнек экстрактора сырьем, т.е. отходами фенхеля до появления его в узле выгрузки. Остановить загрузочное устройство, прекратить подачу сырья. Включить насос подачи водно-спиртовой смеси. Установить подачу раствора по отградуированному ротаметру в экстрактор, затем включить все приводы.

Открыть вентиль на линии слива водно-спиртового экстракта фенхеля из отстойника.

По мере накопления отходов в бункере необходимо регулярно выгружать их в транспортное средство.

Дальнейшая работа на установке заключается в контроле и поддерживании технологических параметров. Для нормальной работы необходимо: обеспечить равномерную подачу сырья в экстрактор, соответствующую оптимальной производительности; постоянно следить за скоростью подачи водно-спиртового раствора в экстрактор; постоянно следить за давлением паров раствора.

7.1.2 Остановки установки подразделяются на кратковременные (продолжительность до 30 мин), длительные (до четырех-восьми часов), полные (связанные со сменой сырья или окончанием переработки сырья).

При кратковременной остановке необходимо уменьшить подачу водноспиртовой смеси и принять меры, предотвращающие разрушение пробки в узле загрузки, для чего подать 30-40 кг сырья в загрузочное устройство экстрактора.

При длительной остановке прекратить подачу водно-спиртовой смеси в экстрактор. После длительной остановки слить экстракт. Выгрузку сырья из экстрактора производить осторожно, включая периодически привод выгрузного узла экстрактора на 5 мин, при включенных приводах транспортера отходов.

При полной остановке необходимо: выгрузить отходы из экстрактора; очистить конус узла загрузки от сырья, при необходимости заменить его; экстрактор промыть водно-спиртовой смесью; отстойник экстрактора и сборники в течение не менее 10 минут промыть водой.

7.2 Нормы технологического режима Таблица 2 – Нормы технологического режима

Наименование	Показатели технологического режима						
операции	Скорость подачи		Температура,	Давление,	Скорость		
	К	л/	$^{0}$ C	МПа	гонки,		
	г/ч	Ч			л/ч		
		Экстро	акция				
Подача отходов	80±10	ı	-	-	-		
Подача	-	800±30	20-25	-	-		
растворителя							
(жидкая фаза)							
Подача паров	-	-	-	0,015-	-		
растворителя				0,020			

7.3 Материальный баланс производства водно-спиртового экстракта фенхеля Таблица 3-Материальный баланс производства водно-спиртового экстракта фенхеля

	3a	гружено				Полу	учено прод	укта (полу	продукта	a)	
Наимено-	Macca,		Состав	сырья,	Наимено-	Macca,	Объемная	Состав	сырья,	Поте	ри
вание сырья,	ΚГ	масса,	полуфабр	рикатов	вание сырья,	ΚГ	масса,	полуфаб	рикатов		
полупро-		кг/м <sup>3</sup>	Массовая	Macca,	полупро-		$\kappa\Gamma/M^3$	Массовая	Macca,	Массовая	Macca,
дуктов			доля	ΚΓ	дуктов			доля	ΚГ	доля от	ΚΓ
			состав-					состав-		исходного	
			ляющей,					ляющей,		сырья, %	
			%					%			
					Экстракция					<u> </u>	
Сырье	80,0	-	-	-	Экстракт	528,0	-	-	-	-	-
В Т.Ч.					В Т.Ч.						
экстрактивные	-	-	9,33	7,46	экстрактивные	-	-	97,5	7,27	-	-
вещества					вещества						
					растворитель	_	_	90,03	720,2	-	-
Растворитель	800,0	300,0	-	-	Отходы	304,0	-	-	-	-	-
(жидкая фаза)					В Т.Ч.						
					экстрактивные	-	-	2,5	0,19	-	-
					вещества						
					растворитель	-	-	3,98	31,8	-	-
					Потери	-	-	-	-	6,0	48,0
					растворителя						
Итого:	880,0	-	-	_	Итого:	880,0					

# 8 ОСНОВНЫЕ ТРЕБОВАНИЯ К ТЕХНОЛОГИЧЕСКОМУ ОБОРУДОВАНИЮ

Оборудование для реализации данной технологии должно соответствовать паспортным данным на «Шнековый горизонтальный экстрактор». Сырье, непрерывно поступающее в экстракционный аппарат, движется противотоком к экстрагенту, при этом сырье контактирует с ним и обогащает его экстрактивными веществами. Истощенное сырье экстрагируется свежем экстрагентом, который еще полнее извлекает оставшиеся экстрактивные вещества. С точки зрения теории экстрагирования этот способ наиболее эффективен, так как в каждый момент процесса и в любом поперечном сечении по длине (или высоте) аппарата имеет место разность концентраций БАВ в сырье и экстрагенте, что позволяет с наибольшим выходом и наименьшими затратами проводить процесс. Кроме того, непрерывные процессы поддаются автоматизации, что позволяет исключить трудоемкие работы по загрузке и выгрузки сырья.

# 9 ОСНОВНЫЕ ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ К ТЕХНОЛОГИЧЕСКОМУ ПРОЦЕССУ

- 9.1 Перечень основных нормативных материалов, требования которых определяют безопасность ведения процесса
- ГОСТ 12.0.003-74 ССБТ (СТ СЭВ 790-77). Опасные и вредные производственные факторы. Классификация.
- ГОСТ 12.0.004–90 ССБТ. Организация обучения работающих безопасности труда. Общие положения.
  - ГОСТ 12.1.004–91 ССБТ. Пожарная безопасность. Общие требования.
- ГОСТ 12.1.005–88 ССБТ. Воздух рабочей зоны. Общие санитарногигиенические требования.
- ГОСТ 12.1.007–76 ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности.
  - ГОСТ 12.1.010-76 ССБТ. Взрывобезопасность. Общие требования.

ГОСТ 12.1.019–79 ССБТ (СТ СЭВ 4830–84). Электробезопасность. Общие требования.

ГОСТ 12.2.003–91 ССБТ. Оборудование производственное. Общие требования безопасности.

ГОСТ 12.3.002–75 ССБТ (СТ СЭВ 1 728–89). Процессы производственные. Общие требования безопасости.

ГОСТ 14 202–69. Трубопроводы промышленных предприятий. Опозновательная окраска, предупреждающие знаки и маркировочные щитки.

Правила устройства электроустановок (ПУЭ).- 6-е изд., М.:Энергоатомиздат, 1985.

- 9.2 Общие требования безопасности к технологическому процессу
- 9.2.1 К работе в цех экстракции допускаются лица не моложе 18 лет, прошедшие обучение и инструктаж в соответствии с требованиями ГОСТ 12.0.004–90 ССБТ.
- 9.2.2 Беременные и кормящие грудью женщины к работе в цех не допускаются.
- 9.2.3 Лица, вновь принятые в цех экстракции, а также переведенные с другого рабочего места, могут быть допущены к самостоятельной работе только после стажировки на рабочем месте. Продолжительность работы стажера устанавливается администрацией предприятия с учетом сложности производства и профессии, но не должна быть для основных профессий менее десяти дней.
- 9.2.4 Персонал, участвующий в производственном процессе, должен проходить медицинское освидетельствование.
- 9.2.5 На видных местах производственных участков должны быть: инструкции на рабочих местах; инструкции по технике безопасности и промсанитарии; инструкции по пожарной безопасности; технологическая схема производства; схемы эвакуации производственного персонала при авариях; меры оказания первой медицинской помощи при воздействии на работающих вредных и опасных производственных факторов.

Инструкции должны быть утверждены руководителем или главным инженером и профсоюзным комитетом предприятия.

9.2.6 Технологическое оборудование для экстракции эфиромасличного сырья должно быть установлено на открытых площадках, расположенных изолировано от других пожаровзрывопасных участков производства.

Оборудование должно быть окрашено в соответствии с требованиями СН 181-70.

- 9.2.7 Расположение оборудования должно обеспечивать безопасность и и удобство обслуживания. Между оборудованием следует выдерживать интервалы, исключающие опасное и вредное взаимодействие производственных факторов и их комбинированное действие на работающих.
- 9.2.8 Проходы между оборудованием и стенами должны быть шириной не менее 1 м. Проходы для осмотра, периодической проверки и регулировки работы оборудования и контрольно-измерительных приборов, а также проходы между насосами должны быть не менее 0,8 м.
- 9.2.9 Трубопроводы, прокладываемые на полу в местах обслуживания и проходах, не должны выступать над поверхностью пола.
- 9.2.10 Прокладывать трубопроводы для транспортирования растворителя и мисцеллы через бытовые, подсобные и административно-хозяйственные помещения, распределительно-электрические устройства, помещения щитов и пультов автоматизации и вентиляционные камеры не допускаются.
- 9.2.11 Запорная и регулирующая арматура трубопроводов должна быть доступна для обслуживания. При расположении арматуры на высоте более 1,7 м для ее обслуживания должны быть стационарные площадки и лестницы.
- 9.2.12 Трубопроводы должны быть окрашены в соответствии с требованиями ГОСТ 14202-69.
- 9.2.13 Тепловыделяющие поверхности оборудования и трубопроводов должны быть теплоизолированы с таким расчетом, чтобы температура наружной поверхности теплоизоляции не превышала  $45\,^{0}$ C.

- 9.2.14 Все движущие части оборудования (шнековый и цепной транспортер, зубчатые и ременные передачи) и другие элементы, являющиеся источниками опасности, должны иметь ограждения в соответствии с требованиями ГОСТ 12.2.062-81.
- 9.2.15 Крышки оборудования, предназначенные для ремонта и обслуживания его подвижных элементов (шнек экстрактора и др.) должны быть сблокированы с пусковыми устройствами электродвигателей.
- 9.2.16 Для ведения технологического процесса и обеспечения безопасности обслуживающего персонала оборудование должно быть укомплектовано необходимыми контрольно-измерительными приборами.
- 9.2.17 Контрольно-измерительные приборы, находящиеся в эксплуатации, подлежат обязательной государственной или ведомственной поверке.
- 9.2.18 Проводка освещения, электродвигатели, пусковые устройства и контрольно-измерительные приборы по своему исполнению должны соответствовать категории взрывоопасных.
- 9.2.19 Для обеспечения защиты работающих от поражения электрическим током, защиты электрооборудования от грозовых и других перенапряжений в соответствии с ПУЭ должны быть сооружены заземляющие устройства.
- 9.2.20 Для освещения во время очистки и внутреннего осмотра оборудования и сборников растворителя и водно-спиртового экстракта следует применять взрывоопасные светильники, аккумуляторные фонари напряжением не более 12 В.
- 9.2.21 Вскрытие, внутренний осмотр, очистка или ремонт канализационных колодцев, оборудования должны проводиться при наличии письменного разрешения начальника цеха (производства), при непрерывном надзоре лица, ответственного за этот участок.
- 9.2.22 Сварочные ремонтные работы на оборудовании и сборниках растворителя (водно-спиртового экстракта) следует проводить в соответствии с Типовой инструкцией по организации безопасного проведения огневых работ на взрывоопасных и взрывопожароопасных объектах.

- 9.2.23 Насосы, перекачивающие растворитель и водно-спиртовый экстракт, сальниковые уплотнения на валу шнеков экстрактора, узлов загрузки и выгрузки и другие места возможного выделения и скопления растворителя и его паров должны иметь вентиляционные отсосы.
- 9.2.24 Пробоотборники для отбора проб растворителя и мисцеллы слесарные инструменты, наконечники шлангов должны быть изготовлены из материалов, не дающих искр при ударе. Ключи на кранах должны быть закреплены.
- 9.2.25 Цепные и зубчатые передачи должны иметь постоянный слой густой смазки.
- 9.2.26 Производственные, вспомогательные и бытовые здания, помещения, открытые площадки экстракционного цеха должны быть оборудованы средствами пожаротушения и пожарной сигнализацией.
- 9.2.27 В производственных помещениях не допускается курить, зажигать огонь, бросать тряпки, вату и т.п., пропитанные растворителями. Промасленный обтирочный материал необходимо собирать в специальные металлические ящики с крышками.
- 9.2.28 При проведении ремонтных работ, а также для обозначения мест курения, первичных средств пожаротушения и т.п. необходимо использовать плакаты.
- 9.2.29 Для ослабления возможного действия опасных и вредных производственных факторов необходимо использовать следующие средства индивидуальной защиты: хлопчатобумажные халаты и костюмы; спецобувь; рукавицы; защитные очки.
- 9.2.30 Организация и общее руководство работ по технике безопасности, пожарной безопасности и промсанитарии возлагается на руководителя.
- 9.2.31 Ответственность за технику безопасности, пожарной безопасности отдельных участков цеха несут их руководители.
  - 9.3 Вредные для здоровья вещества

В процессе производства водно-спиртового экстракта фенхеля обыкновенного вредным для здоровья человека веществом этиловый спирт.

При слабом отравлении может возникнуть головная боль, болезненность в области желудка, неприятное ощущение в горле, кашель. При сильном отравлении — головокружение, тошнота, возбуждение (громкий разговор, беспричинный смех, легкое опьянение).

#### 9.3.2 Меры оказания первой помощи.

При слабом отравлении пострадавшего вывести на свежий воздух, обеспечить покой, тепло, освободить от стесняющей одежды, дать валериановые капли.

При потере сознания пострадавшему необходимо придать горизонтальное положение с несколько опущенной головой и обеспечить вдыхание паров нашатырного спирта. При резком ослаблении дыхания провести искусственное дыхание. Немедленно вызвать врача.

# 10 КОНТРОЛЬ ПРОИЗВОДСТВА

Таблица 4- Технологический контроль производства

Объект контроля	Место контроля	Периоди- чность контроля	Контроли- руемый показатель	Предель- ные значения параметра	Метод и средство контроля	Исполнитель
Отходы фенхеля обыкновен- ного	Площадка для сырья	Каждая партия	Согласно НТД	Согласно НТД	ДСТУ <sup>1</sup>	Лаборант
Водно- спиртовая смесь	Емкость раствора	Каждая партия	Согласно НТД	Согласно НТД	ДСТУ 4221:2003	Лаборант
Экстракция	Сборник	Один раз в смену	Массовая доля экстрактивных веществ, %	Фактиче- ская	Государственна я фармакопея СССР. Вып.2 Общие методы анализа. Лекарственное растительное сырье / МЗ СССР. — 11-е изд., допМ.: Медицина,1989 400с.	Лаборант
	Подача сырья в экстрактор	Постоянно	Производи- тельность по сырью, кг	80±10	Хронометраж продолжитель- ности загрузки	Технолог, аппаратчик
	Сборник	Постоянно	Скорость подачи водно- спиртового раствора раствора (жидкая фаза),	800±40	Ротаметр Р35	Аппаратчик
	Экстрактор	Постоянно	Давление паров водно- спиртовой смеси, пода- ваемых в экстрактор	0,015-0,02	Манометр	Аппаратчик

\_

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> На рассмотрении

#### СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

- 1 ДСанПіН 2.2.9.027-99 Державні санітарні правила і норми безпеки продукції парфюмерно-косметичної промисловості.
- 2 Меры пожарной безопасности для предприятий по переработке эфирномасличного сырья // Инструкция М.: ВНИИПО МВД СССР, 1988.-- С.68. (Заходи пожежної безпеки для підприємств з переробки ефіроолійної сировини.// Інструкція М.: ВНДІПО МВС СССР, 1988.-- С.68).
- 3 СанПиН 4946 89 Санитарные правила по охране атмосферного воздуха и населенных мест (Санітарні правила з охорони атмосферного повітря та населених міст).
- 4 СанПиН 42-126-4690-88 Санитарные правила по охране почвы от загрязнения промышленными предприятиями и бытовыми отходами (Санітарні правила з охорони ґрунту від забруднення промисловими підприємствами та побутовими відходами.)
- 5 ДСП 201-97 Державні санітарні правила по охороні атмосферного повітря населених міст (від забруднення біологічними і хімічними речовинами).
- 6 СанПиН 4630-88 Санитарные правила и нормы охраны поверхностных вод от загрязнения (Санітарні правила та норми охорони поверхневих вод від забруднення).
  - 7 ДСТУ 4221:2003 Спирт етиловий ректифікований. Технічні умови.
- 8 Технология натуральных эфирных масел и синтетических душистых веществ / И.И. Сидоров, Н.А. Турышева, Л.П. Фалеева, Е.И. Ясюкевич. М.: Легкая и пищевая промышленность, 1984.-368 с.
- 9 ГОСТ 12.0.003-74 ССБТ (СТ СЭВ 790-77). Опасные и вредные производственные факторы. Классификация.
- 10 ГОСТ 12.0.004—90 ССБТ. Организация обучения работающих безопасности труда. Общие положения.
  - 11 ГОСТ 12.1.004–91 ССБТ. Пожарная безопасность. Общие требования.

- 12 ГОСТ 12.1.005–88 ССБТ. Воздух рабочей зоны. Общие санитарногигиенические требования.
- 13 ГОСТ 12.1.007–76 ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности.
  - 14 ГОСТ 12.1.010–76 ССБТ. Взрывобезопасность. Общие требования.
- 15 ГОСТ 12.1.019–79 ССБТ (СТ СЭВ 4830–84). Электробезопасность. Общие требования.
- 16 ГОСТ 12.2.003–91 ССБТ. Оборудование производственное. Общие требования безопасности.
- 17 ГОСТ 12.3.002–75 ССБТ (СТ СЭВ 1 728–89). Процессы производственные. Общие требования безопасности.
- 18 ГОСТ 14 202–69. Трубопроводы промышленных предприятий. Опозновательная окраска, предупреждающие знаки и маркировочные щитки.
- 19 Правила устройства электроустановок (ПУЭ).- 6-е изд., М.:Энергоатомиздат, 1985.

# Приложение Ж

# ТЕХНОЛОГИЧЕСКАЯ ИНСТРУКЦИЯ по производству конкрета фенхеля обыкновенного

# ЮЖНЫЙ ФИЛИАЛ НАЦИОНАЛЬНОГО УНИВЕРСИТЕТА БИОРЕСУРСОВ И ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЯ УКРАИНЫ «КРЫМСКИЙ АГРОТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»

УТВЕРЖДАЮ:
Зам. директора ЮФ НУБ и П
Украины «КАТУ»
по научной работе
А.М. Изотов
2013 г.

#### ТЕХНОЛОГИЧЕСКАЯ ИНСТРУКЦИЯ

по производству конкрета фенхеля обыкновенного ТИ 24.6-3081314841.002:2013

#### РАЗРАБОТАНО:

Доі	цент каф	редры технологии и
обо	рудован	ния производства
жиј	ров и эф	опрного масла
		Л.А.Тимашева
((	<b>&gt;&gt;</b>	2013 г.
۸ ۵۰		a 1 a
٨	TIMOTITIE	а кафедры
гех	нологии	и и оборудования
про	оизводст	тва жиров и
эфи	ирного м	иасла
•		Е.В. Горбунова
<b>((</b>	<b>»</b>	2013 г.

# СОДЕРЖАНИЕ

1 Общая характеристика производства	3							
2 Характеристика готовой продукции								
3 Характеристика сырья и материалов	3							
4 Материальные расчеты	4							
5 Схема материального потока	5							
6 Технологическая схема производства	5							
7 Технологический процесс	7							
7.1 Описание технологического процесса	7							
7.2 Нормы технологического процесса	13							
7.3 Материальный баланс	14							
8 Основные требования к технологическому процессу	16							
9 Основные требования безопасности к технологическому процессу	16							
9.1 Перечень основных нормативных материалов, требования								
которые определяют безопасность ведения								
процесса	16							
9.2 Общие требования безопасности к технологическому процессу	17							
9.3 Вредные для здоровья вещества.	20							
10 Контроль производства	21							
Список использования у истонников	23							

#### 1 ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА ПРОИЗВОДСТВА

Производство конкрета фенхеля обыкновенного осуществляется на установке для экстрагирования эфиромасличного сырья в противотоке жидкой и паров экстрагента РЗ-ЭОА-3 со вспомогательным оборудованием и состоит из следующих технологических стадий:

- экстракция;
- отгонка растворителя из отходов;
- дистилляция мисцеллы.

Норма производительности на установке P3-ЭОА-3 в час основного времени по сырью фенхеля обыкновенного — 2000 кг.

### ЗХАРАКТЕРИСТИКА ГОТОВОЙ ПРОДУКЦИИ

- 2.4Конкрет фенхеля густая мазеобразная масса темно-зеленого с бурым оттенком цвета с запахом растений фенхеля с медовым оттенком.
- 2.5В состав конкрета фенхеля обыкновенного входит масло абсолю, массовая доля которого не менее 60 % (при массовой доле этилового спирта в абсолю не более 3,0 %). Массовая доля летучих с водяным паром веществ от 9,0 % до 15,0 %.
  - 2.6Конкрет фенхеля обыкновенного применяется для производства абсолю.

#### З ХАРАКТЕРСТИКА СЫРЬЯ И МАТЕРИАЛОВ

- 3.1 Сырьем для производства конкрета является свежеубранное сырье фенхеля обыкновенного (ДСТУ $^2$ ).
- 3.2 В качестве растворителя используют углеводородный растворитель нефрас ПІ-65-70 по ТУ 38.1011228-90.

.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> На рассмотрении

#### 4 МАТЕРИАЛЬНЫЕ РАСЧЕТЫ

Нормы расхода сырья и материалов на производство 1 кг продукции приведены в таблице 1.

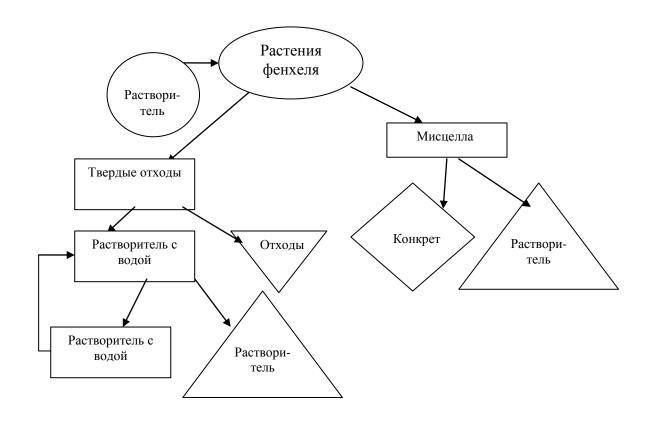
Таблица 1— Расход сырья и материалов

Наименование сырья и материалов,	Нормы расхода на 1 кг конкрета
единицы измерения	фенхеля обыкновенного
Сырье, кг	147,12
Растворитель, кг	12,38
Вода, м <sup>3</sup>	0,28
Теплоэнергия, Гкал	0,25
Электроэнергия, кВт/ч	6,05

# Примечание:

- 1. Нормы расхода сырья рассчитаны при массовой доле конкрета в сырье фенхеля обыкновенного 0.78 %.
  - 2. Нормы расчета воды рассчитаны при температуре 25  $^{0}$ C.

#### 5 СХЕМА МАТЕРИАЛЬНОГО ПОТОКА



#### Условия обозначения:

- сырье и материалы;
- полупродукт;
- ◊ готовый продукт;
- △ отход используемый;

#### 6 ТЕХНОЛОГИЧЕСКАЯ СХЕМА ПРОИЗВОДСТВА

Сырье доставляют на завод автотранспортными средствами, определяют его качество на соответствие требованиям нормативной документации (п.3.1. настоящей инструкции) и по мере необходимости подают на переработку в цех экстракции. Сырье измельчают на ДКУ-М расположенной во взрывоопасной зоне.

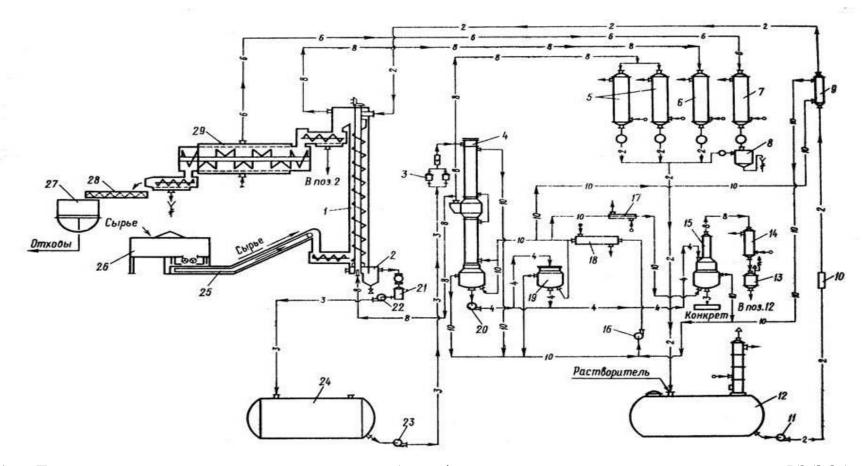


Рисунок 1 — Технологическая схема комплексной переработки фенхеля методом экстракции на установке РЗ-ЭОА:

1-экстрактор РЗ-ЭОА-3, 2-отстойник,3- фильтр, 4-пленочный дистиллятор НДК, 5, 6,7-теплообменник, 8-водоотделитель, 9-подогреватель растворителя, 10-ротаметр, 11-насос, 12-оборотная емкость, 13-вакуум-приемник, 14-теплообменник, 15-вакуум-аппарат, 16-насос, 17-коллектор воды, 18-водоподогреватель, 19-сборник, 20-насос, 21-фильтр, 22-насос, 23-насос, 24-сборник, 25-транспортер, 26-дозировщик, 27-бункер отходов, 28-насос, 29-испаритель экстрактора;

линии: -1- сырье, -2- растворитель, -3- мисцелла, -4- концентрированная мисцелла, -5- конкрет, -6- пары воды и растворителя, -8-пары растворителя, -9-пар, -10- горячая вода

Экстракцию сырья осуществляют на установке P3-ЭОА-3, дистилляцию полученной при экстрагировании сырья мисцеллы с получением конкрета проводят на пленочном дистилляторе НДК (Рисунок 1).

## 7 ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ ПРОЦЕСС

#### 7.1 Описание технологического процесса

#### 7.1.1 Экстракция, отгонка растворителя из отходов

Измельченное сырье поступает транспортером из дозировщика (26), далее наклонным транспортером (25) подается в загрузочное устройство экстрактора РЗ-ЭОА-3 (1). Вертикальный перфорированный шнек экстрактора непрерывно транспортирует сырье внутри колонны снизу вверх к перегрузочному устройству. При этом сырье подвергается воздействию подогретого растворителя, поступающего противотоком к сырью через верхний кольцевой пояс выгрузной секции колонны из оборотной емкости (12) с помощью насоса (11) через ротаметр (10) в подогреватель растворителя (9) до температуры 45-55 <sup>о</sup>С, которая измеряется термометром.

Для поддержания постоянного температурного уровня процесса, распределения жидких пленок растворителя и мисцеллы по всему сечению экстракционной зоны и повышению удерживающей способности мисцеллы через нижний патрубок ввода в полый вал колонны под перья витков шнека подают пары растворителя, поступающего из дистиллятора НДК. Количество паров растворителя составляет 10-15 % от его общего расхода (технологический контроль осуществляется по избыточному давлению паров растворителя, поступающих в экстрактор, равному 0,015-0,020 МПа, измеряется нанометром.

Мисцелла отводится из отстойника (2), соединенного с перфорированной частью днища экстрактора, на фильтр грубой очистки (21), из которого насосом (22) перекачивается сборник мисцеллы (24).

Несконденсированные в экстракторе пары растворителя поступают в теплообменник (6), а после конденсации и охлаждения - в сборник (12).

Отходы, выгружаемые из экстрактора, отжимаются в выгрузном шнеке экстрактора. Отжатая мисцелла сливается в отстойник (2), отходы с оставшимся растворителем сбрасываются в испаритель экстрактора (29). Регенерация растворителя из отходов производится перегонкой с водяным паром, который подается через ряд форсунок в нижнюю часть испарителя. Пары воды и растворителя конденсируются и охлаждаются в теплообменнике (7) и в виде конденсата поступают в водоотделитель (8) и направляется в емкость (12). Далее отходы шнеком испарителя экстрактора транспортируются в бункер-накопитель и по мере заполнения бункера отходами производят их выгрузку в транспортное средство.

Мисцелла из сборника (24) насосом (28) подается через керамический фильтр тонкой очистки (3) и на пленочный дистиллятор НДК (4), обогреваемый горячей водой в водоподогревателе (18) до температуры 83-90  $^{0}$ С из коллектора воды (17).

Поток паров растворителя делится на две части, одна из них направляется в экстрактор, другая — в теплообменник (5), из которого растворитель возвращается в оборотную емкость (12). Мисцелла упаривается до концентрации 8-90 % и насосом (20) периодически перекачивается в сборник концентрированной мисцеллы (19).

Вакуум-обработка концентрированной мисцеллы производят при температуре не выше  $60\,^{0}$ С в вакуум-аппарате (15). Полученный конкрет фенхеля направляют на получение абсолю в аппарате периодического действия. Пары растворителя конденсируются в теплообменнике (14) и направляются в вакуумприемник (13).

#### 7.1.2 Порядок работы установки РЗ-ЭОА-3

Заполнить блок сборников растворителем. Заполнение вести до тех пор, пока расходные сборники не наполнятся на половину вместимости.

Открыть вводной вентиль на коллектор водяной (16), давление в коллекторе должно быть не менее 0,20 МПа, измеряется манометром.

Заполнить водой подогреватель растворителя (9) до перелива в воронку и закрыть вентиль на коллекторе (17) к подогревателю. Открыть подачу воды на теплообменники (5,6,7,14). Открыть вводной вентиль на коллектор паровой (18), давление в коллекторе должно быть не менее 0,35 МПа, измеряется манометром. Выгрузить сырье на сырьевую площадку.

На установке НДК провести пусковые операции в соответствии с п. 3.3.1 настоящей инструкции и запустить на растворителе до накопления мисцеллы в блоке сборников.

Включить все автоматические выключатели в электрошкафах и установить рукоятку рубильника на правой боковине шкафа в положении «ВКЛ».

Убедится в наличии напряжения в схеме управления кратковременным нажатием кнопки «СИГНАЛ-ОПРОБОВАНИЕ», при этом должны загореться светосигнальные приборы на пульте и зазвучать сирена.

Включить приводы: транспортера отходов, узла выгрузки, испарителя, узла перегрузки, колонны экстрактора, узла загрузки, транспортера.

Подать сырье на транспортер (28). Вариатором отрегулировать число оборотов шнека загрузки на необходимую для данного сырья производительность.

Заполнить колонну экстрактора сырьем до появления его в узле перегрузки (следить по смотровому окну). Остановить приводы колонны, прекратить подачу сырья.

Включить насос подачи растворителя (11). Установить подачу растворителя по отградуированному ротаметру (10) в колонну экстрактора, затем включить все приводы.

Подать пар на подогреватель растворителя (9) и отрегулировать температуру нагрева растворителя 45-55 °C.

Подать пар на испаритель экстрактора и установить скорость гонки 300 л/ч.

Открыть вентиль, установленный на линии отвода паров растворителя от установки НДК. Давление паров должно быть 0,015-0,020 МПа, измеряется манометром.

Открыть вентиль на линии слива мисцеллы из отстойника. После появления мисцеллы в смотровом фонаре включит насос откачки мисцеллы (28).

После накопления мисцеллы в сборнике перевести дистиллятор НДК на работу по мисцелле.

По мере накопления отходов в бункере (27) необходимо регулярно выгружать их в транспортное средство.

Дальнейшая работа на установке заключается в контроле и поддерживании технологических параметров.

Для нормальной работы необходимо: обеспечить равномерную подачу сырья в аппарат, соответствующую оптимальной производительности; постоянно следить за скоростью подачи растворителя в экстрактор и мисцеллы в дистиллятор и за скоростью отгонки растворителя; постоянно следить за температурой нагрева растворителя и давлением паров растворителя.

7.1.3 Остановки установки подразделяются на кратковременные (продолжительность до 30 мин), длительные (до четырех-восьми часов), полные (связанные со сменой сырья или окончанием переработки сырья).

При кратковременной остановке необходимо уменьшить подачу растворителя до 200-300 л/ч и принять меры, предотвращающие разрушение пробки в узле загрузки, для чего подать 30-40 кг сырья загрузочным шнеком при остановленном подъемном шнеке. Подачу пара в испаритель не прекращать.

При длительной остановке прекратить подачу растворителя в колонну и острого пара в испаритель. После длительной остановки слить конденсат и разогреть испаритель до появления гонки. Выгрузку сырья из экстрактора производить осторожно, включая периодически привод колонны экстрактора на 5 мин, при включенных приводах транспортера отходов, узла выгрузки, испарителя, узла перегрузки.

При полной остановке необходимо: выгрузить колонну экстрактора; очистить конус узла перегрузки от сырья, при необходимости заменить его; колонну экстрактора промыть растворителем до тех пор, пока в смотровом окне отстойника не покажется чистый растворитель; отстойник экстрактора и сборники в течение не менее 10 минут промыть водой; тщательно пропарить всю установку.

В дистилляторе автоматически, с помощью регулятора давления поддерживается избыточное давление 0,02-0,03 МПа, измеряемое манометром.

Водяной пар в рубашки первой и второй ступеней дистиллятора подают из парового коллектора (16). Отбор конденсата из рубашек через конденсатоотводчики осуществляют с помощью вакуум-насоса (водоструйного типа) (20).

На выходе из дистиллятора часть паров растворителя отводится в экстрактор (1), а остальные поступают на конденсацию в теплообменник (18). Сконденсированный растворитель самотеком поступает в сборник растворителя (12).

Мисцелла из дистиллятора (4) за счет избыточного давления непрерывно поступает на окончательную дистилляцию - в колонну, окончательной дистилляции. В ней из мисцеллы, стекающей по греющей поверхности в виде тонкой пленки, отгоняют остатки растворителя движущейся противотоком смесью инертного газа с воздухом. Непрерывно выходящий из колонны конкрет собирают в тару.

Обогрев колонны осуществляют горячей водой, циркулирующей по замкнутому контуру через водоподогреватель (19), в котором она нагревается паром до температуры 95-100 °C.

Вода на установку поступает от водяного коллектора (17).

#### 7.1.4 Порядок пуска установки НДК

Открыть вводной вентиль на водяном коллекторе (17) и вентиль подачи воды на теплообменник (5). По показаниям моновакууметров убедиться в наличии вакуума в паровых рубашках дистиллятора (4), создаваемого вакуумнасосом (20). Открыть вентиль подачи воды на водоподогревателе (19) и после его заполнения вентиль закрыть.

Открыть вентили на всасывающем трубопроводе линии подачи мисцеллы. Заполнить насос (20) перекачиваемой жидкостью. Включить все автоматические выключатели в электрошкафу.

Установить рукоятку сетевого переключателя на правой стенке элекрошкафа в положение «ВКЛ».

Нажать кнопку «ОПРОБИРОВАНИЕ» на пульте. При этом загораются аварийные световые сигналы и звучит сирена. При отпускании кнопки сигнализация отключатся. Установить требуемую подачи инертного газа в колонну, открыв вентиль подачи инертного газа.

Открыть вентили подачи водяного пара в рубашки дистиллятора (4) и установить в них давление не более 0,1 МПа, измеряемое мановакуумметрами. Включить приводы дистиллятора, колонны и насоса нажатием кнопки «ВКЛ».

Открыть вентиль подачи мисцеллы на разбрызгивающую тарелку дистиллятора и установить скорость подачи (600±20) л/ч, измеряемое ротаметром.

Открыть вентиль подачи мисцеллы в ротор дистиллятора и установить требуемую скорость подачи пара, измеряемую ротаметром.

Регулируя подачу водяного пара в рубашку первой ступени дистиллятора, установить уровень мисцеллы в кольцевом сборнике дистиллятора в пределах контрольных рисок на смотровом стекле.

Убедиться, что давление паров растворителя в дистилляторе измеряемое манометром, находится в пределах 0,02-0,03 МПа.

Во время работы установки необходимо: следить за установленной производительностью по ротаметрам; поддерживать уровень мисцеллы в кольцевом сборнике дистиллятора в пределах контрольных рисок на смотровом

стекле; следить за показаниями мановакууметров, манометров и термометра; следить за установленной подачей инертного газа в колонну; следить за заполнением тары конкретом и при заполнении производить ее замену; следить за заполнением сборника и периодически, по мере его наполнения, сливать растворитель в фильтр; через каждые 4 часа работы открывать вентиль на линии паров и газа из насоса на 15-30 с.

#### 7.1.5 Порядок выполняемых действий при остановке НДК

При остановке необходимо: закрыть вводный вентиль на паровом коллекторе; закрыть вентили подачи мисцеллы в дистиллятор; отключит приводы ротора дистиллятора и колонны; закрыть вентили подачи водяного пара в рубашки дистиллятора и в водоподогреватель; открыть кран слива сконденсировавшегося растворителя из дистиллятора; закрыть вентили подачи инертного газа в колонну; установить рукоятку сетевого переключателя в положение «ОТКЛ»; закрыть вводной вентиль на водяном коллекторе; закрыть вентиль на всасывающем трубопроводе линии подачи мисцеллы.

7.2 Нормы технологического режима Таблица 2 – Нормы технологического режима

Наименование		Показател	и технологиче	ологического режима			
операции	Скорость подачи		Температура	Давление,	Скорость		
	кг/ч	л/ч	$^{0}$ C	МПа	гонки, л/ч		
		Экстра	кция				
Подача сырья	2000±50	1	-	-	-		
Подача	-	$1800 \pm 30$	45-55	-	-		
растворителя							
(жидкая фаза)							
Подача паров	-	-	-	0,015-	-		
растворителя				0,020			
	Отгонка	раствори	теля из отходо	06			
Подача пара из	-	-	-	0,35-0,40	-		
коллектора в							
испаритель							
Отгонка	-	-	-	-	300±10		
растворителя из							
отходов							

Продолжение таблицы 2

Дистилляция мисцеллы								
Подача пара в	-	-	-	0,25-0,30	-			
подогреватель								
Нагрев воды в	-	-	Не более 100	-	-			
подогреватель								
Подача мисцеллы в	1370±15	2000±20	-	0,20-0,30	-			
концентратор								

Примечание - выход конкрета из сырья составляет не менее 80%.

7.3 Материальный баланс производства конкрета фенхеля Таблица 3-Материальный баланс производства конкрета фенхеля

Загружено					Получено продукта (полупродукта)						
Наимено-	Macca	Объемна	Состав сырья,		Наимено- Масса Объе		Объемна	Состав	сырья,	Потери	
вание сырья,	, кг	я масса,	полуфабр	икатов	вание	, КГ	я масса,	полуфабј	рикатов		
полупро-		$\kappa\Gamma/M^3$	Массова	Macca	сырья,		$\kappa\Gamma/M^3$	Массова	Macca,	Массовая	Macca
дуктов			Я	, кг	полупро-			Я	ΚΓ	доля от	, КГ
			доля		дуктов			доля		исходног	
			состав-					состав-		о сырья,	
			ляющей,					ляющей,		%	
			%					%			
	ı				Экстракц				T		
Сырье	2000,0	-	-	-	Мисцелла	1794,0	-	-	-	-	-
в т.ч.					В Т.Ч.						
конкрет	-	-	0,78	15,60	конкрет	-	-	95,00	14,82	-	-
					растворител	-	-	98,84	1779,1	-	-
					Ь				8		
Растворител	1800,0	685,0	-	-	Отходы	1970,0	-	_	_	-	_
ь (жидкая					в т.ч.	·					
фаза)					конкрет	-	-	5,0	0,78	_	-
					растворител	-	-	8,52	153,22	-	-
					Ь						
						-	-	-	-	2,0	36,0
					Потери						
					растворител						
					Я						
Итого:	3800,0	-	-	-	Итого:	3800,0					

# Продолжение таблицы 3

Загружено				Получено продукта (полупродукта)							
Наименование	Macca,	Объемная	Состав	сырья,	Наимено-	Масса, кг	Объемная	Состав	сырья,	Поте	ри
сырья,	КГ	масса,	полуфаб	рикатов	вание сырья,		масса,	полуфабр	рикатов		
полуфабрикатов		$\kappa\Gamma/M^3$	Массова	Macca,	полупро-		$\kappa\Gamma/M^3$	Массова	Macca	Массова	Macca
			R	ΚГ	дуктов			Я	, кг	Я	, КГ
			доля					доля		доля	
			состав-					состав-		состав-	
			ляющей,					ляющей,		ляющей,	
			%					%		%	
				Отгонка	растворителя из						
Отходы	1970,0	-	-	-	Отходы	1820,15	-	-	-	-	_
в т.ч. конкрет	-	-	0,04	0,78	в т.ч. конкрет						
растворитель	-	-	7,77	153,22	Растворитель	-	-	-	0,78	-	_
Пар	352,0	_	_	_	Вода	111,56	_	_	_	_	_
Пир	332,0				Конденсат	290,0	_	_	_	_	_
					Потери	58,63	_	_	_	_	_
					растворителя	-	_	-	_	27,2	41,66
Итого:	2322,0	-	-	-	Итого:	2322,0	_	-	-	-	-
			Дист	илляция	мисцеллы на ус	становке Н	ДК				
Мисцелла	1794,0	-	-	-	Конкрет	13,87	_	-	-	-	-
в т.ч. конкрет	-	-	95,0	14,82	в т.ч. конкрет						
растворитель	-	-	99,17	1779,18	растворитель	-	-	92,58	13,72	-	-
					Растворитель	-	-	0,008	0,15	-	-
							-	-	-	-	-
					Потери						
					конкрета	-	-	-	-	6,43	0,95
					растворителя	-	_	-	-	5,2	92,52
Итого:	1794,0				Итого:	1794,0					_

# 8 ОСНОВНЫЕ ТРЕБОВАНИЯ К ТЕХНОЛОГИЧЕСКОМУ ОБОРУДОВАНИЮ

Оборудование для реализации данной технологии должно соответствовать паспортным данным на «Установку для экстрагирования эфирномасличного сырья в противотоке жидкой и паровой фаз экстрагента РЗ-ЭОА» и на «Установку для дистилляции углеводородных эфирномасличных мисцелл НДК».

# 9 ОСНОВНЫЕ ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ К ТЕХНОЛОГИЧЕСКОМУ ПРОЦЕССУ

- 9.1 Перечень основных нормативных материалов, требования которых определяют безопасность ведения процесса
- ГОСТ 12.0.003–74 ССБТ (СТ СЭВ 790–77). Опасные и вредные производственные факторы. Классификация.
- ГОСТ 12.0.004–90 ССБТ. Организация обучения работающих безопасности труда. Общие положения.
  - ГОСТ 12.1.004–91 ССБТ. Пожарная безопасность. Общие требования.
- ГОСТ 12.1.005–88 ССБТ. Воздух рабочей зоны. Общие санитарногигиенические требования.
- ГОСТ 12.1.007–76 ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности.
  - ГОСТ 12.1.010–76 ССБТ. Взрывобезопасность. Общие требования.
- ГОСТ 12.1.019–79 ССБТ (СТ СЭВ 4830–84). Электробезопасность. Общие требования.
- ГОСТ 12.2.003–91 ССБТ. Оборудование производственное. Общие требования безопасности.
- ГОСТ 12.3.002–75 ССБТ (СТ СЭВ 1 728–89). Процессы производственные. Общие требования безопасости.
- ГОСТ 14 202–69. Трубопроводы промышленных предприятий. Опозновательная окраска, предупреждающие знаки и маркировочные щитки.

Правила устройства электроустановок (ПУЭ).- 6-е изд., М.:Энергоатомиздат, 1985.

- 9.2 Общие требования безопасности к технологическому процессу
- 9.2.1 К работе в цех экстракции допускаются лица не моложе 18 лет, прошедшие обучение и инструктаж в соответствии с требованиями ГОСТ 12.0.004–90 ССБТ.
- 9.2.2 Беременные и кормящие грудью женщины к работе в цех не допускаются.
- 9.2.3 Лица, вновь принятые в цех экстракции, а также переведенные с другого рабочего места, могут быть допущены к самостоятельной работе только после стажировки на рабочем месте. Продолжительность работы стажера устанавливается администрацией предприятия с учетом сложности производства и профессии, но не должна быть для основных профессий менее десяти дней.
- 9.2.4 Персонал, участвующий в производственном процессе, должен проходить медицинское освидетельствование.
- 9.2.5 На видных местах производственных участков должны быть: инструкции на рабочих местах; инструкции по технике безопасности и промсанитарии; инструкции по пожарной безопасности; технологическая схема производства; схемы эвакуации производственного персонала при авариях; меры оказания первой медицинской помощи при воздействии на работающих вредных и опасных производственных факторов.

Инструкции должны быть утверждены руководителем или главным инженером и профсоюзным комитетом предприятия.

9.2.6 Технологическое оборудование для экстракции эфиромасличного сырья должно быть установлено на открытых площадках, расположенных изолировано от других пожаровзрывопасных участков производства.

Оборудование должно быть окрашено в соответствии с требованиями СН 181-70.

9.2.7 Расположение оборудования должно обеспечивать безопасность и и удобство обслуживания. Между оборудованием следует выдерживать интервалы,

исключающие опасное и вредное взаимодействие производственных факторов и их комбинированное действие на работающих.

- 9.2.8 Проходы между оборудованием и стенами должны быть шириной не менее 1 м. Проходы для осмотра, периодической проверки и регулировки работы оборудования и контрольно-измерительных приборов, а также проходы между насосами должны быть не менее 0,8 м.
- 9.2.9 Трубопроводы, прокладываемые на полу в местах обслуживания и проходах, не должны выступать над поверхностью пола.
- 9.2.10 Прокладывать трубопроводы для транспортирования растворителя и мисцеллы через бытовые, подсобные и административно-хозяйственные помещения, распределительно-электрические устройства, помещения щитов и пультов автоматизации и вентиляционные камеры не допускаются.
- 9.2.11 Запорная и регулирующая арматура трубопроводов должна быть доступна для обслуживания. При расположении арматуры на высоте более 1,7 м для ее обслуживания должны быть стационарные площадки и лестницы.
- 9.2.12 Трубопроводы должны быть окрашены в соответствии с требованиями ГОСТ 14202-69.
- 9.2.13 Тепловыделяющие поверхности оборудования и трубопроводов должны быть теплоизолированы с таким расчетом, чтобы температура наружной поверхности теплоизоляции не превышала  $45\,^{\circ}\mathrm{C}$ .
- 9.2.14 Все движущие части оборудования (шнековый и цепной транспортер, зубчатые и ременные передачи) и другие элементы, являющиеся источниками опасности, должны иметь ограждения в соответствии с требованиями ГОСТ 12.2.062-81.
- 9.2.15 Крышки оборудования, предназначенные для ремонта и обслуживания его подвижных элементов (шнеки транспортера, экстрактора, испарителя и др.) должны быть сблокированы с пусковыми устройствами электродвигателей.

- 9.2.16 Для ведения технологического процесса и обеспечения безопасности обслуживающего персонала оборудование должно быть укомплектовано необходимыми контрольно-измерительными приборами.
- 9.2.17 Контрольно-измерительные приборы, находящиеся в эксплуатации, подлежат обязательной государственной или ведомственной поверке.
- 9.2.18 Проводка освещения, электродвигатели, пусковые устройства и контрольно-измерительные приборы по своему исполнению должны соответствовать категории взрывоопасных.
- 9.2.19 Для обеспечения защиты работающих от поражения электрическим током, защиты электрооборудования от грозовых и других перенапряжений в соответствии с ПУЭ должны быть сооружены заземляющие устройства.
- 9.2.20 Для освещения во время очистки и внутреннего осмотра оборудования и сборников растворителя и мисцеллы следует применять взрывоопасные светильники, аккумуляторные фонари напряжением не более 12 В.
- 9.2.21 Вскрытие, внутренний осмотр, очистка или ремонт канализационных колодцев, оборудования должны проводиться при наличии письменного разрешения начальника цеха (производства), при непрерывном надзоре лица, ответственного за этот участок.
- 9.2.22 Сварочные ремонтные работы на оборудовании и сборниках растворителя (мисцеллы) следует проводить в соответствии с Типовой инструкцией по организации безопасного проведения огневых работ на взрывоопасных и взрывопожароопасных объектах.
- 9.2.23 Насосы, перекачивающие растворитель и мисцеллу, сальниковые уплотнения на валу шнеков экстрактора, испарителя, узлов загрузки и выгрузки и другие места возможного выделения и скопления растворителя и его паров должны иметь вентиляционные отсосы.
- 9.2.24 Пробоотборники для отбора проб растворителя и мисцеллы слесарные инструменты, наконечники шлангов должны быть изготовлены из

материалов, не дающих искр при ударе. Ключи на кранах должны быть закреплены.

- 9.2.25 Цепные и зубчатые передачи должны иметь постоянный слой густой смазки.
- 9.2.26 Производственные, вспомогательные и бытовые здания, помещения, открытые площадки экстракционного цеха должны быть оборудованы средствами пожаротушения и пожарной сигнализацией.
- 9.2.27 В производственных помещениях не допускается курить, зажигать огонь, бросать тряпки, вату и т.п., пропитанные растворителями. Промасленный обтирочный материал необходимо собирать в специальные металлические ящики с крышками.
- 9.2.28 При проведении ремонтных работ, а также для обозначения мест курения, первичных средств пожаротушения и т.п. необходимо использовать плакаты.
- 9.2.29 Для ослабления возможного действия опасных и вредных производственных факторов необходимо использовать следующие средства индивидуальной защиты: хлопчатобумажные халаты и костюмы; спецобувь; рукавицы; защитные очки.
- 9.2.30 Организация и общее руководство работ по технике безопасности, пожарной безопасности и промсанитарии возлагается на руководителя.
- 9.2.31 Ответственность за технику безопасности, пожарной безопасности отдельных участков цеха несут их руководители.
  - 9.3 Вредные для здоровья вещества

В процессе производства конкрета фенхеля обыкновенного вредным для здоровья человека веществом является растворитель – нефрас.

9.3.1 Действие на организм человека. Предельно допустимая концентрация паров нефраса в воздухе рабочей зоны 300 мг/м<sup>3</sup>.

При слабом отравлении может возникнуть головная боль, болезненность в области желудка, неприятное ощущение в горле, кашель, раздражение глаз с покраснением, коньюктивит. При сильном отравлении – головокружение,

тошнота, возбуждение (громкий разговор, беспричинный смех, легкое опьянение). Попадание нефраса внутрь может вызвать потерю сознания.

#### 9.3.2 Меры оказания первой помощи.

При слабом отравлении пострадавшего вывести на свежий воздух, обеспечить покой, тепло, освободить от стесняющей одежды, дать валериановые капли.

При потере сознания пострадавшему необходимо придать горизонтальное положение с несколько опущенной головой и обеспечить вдыхание паров нашатырного спирта. При резком ослаблении дыхания провести искусственное дыхание. Немедленно вызвать врача.

# 10 КОНТРОЛЬ ПРОИЗВОДСТВА

Таблица 4- Технологический контроль производства

Объект контроля	Место контроля	Периоди- чность контроля	Контроли- руемый показатель	Предель- ные значения параметра	Метод и средство контроля	Исполни- тель
Сырье фенхеля обыкновенного	Площадка для сырья	Каждая партия	Согласно НТД	Согласно НТД	ДСТУ <sup>3</sup>	Лаборант
Растворитель нефрас ПІ-65- 70	Емкость раство- рителя	Каждая партия	Согласно НТД	Согласно НТД	ТУ 38.1011228- 90	Лаборант
Экстракция	Сборник (24)	Один раз в смену	Массовая доля конкрета в мисцелле, %		Справочник технолога эфиро-масличного производства/Под ред. А.П. ЧипигиМ.,	Лаборант
	Подача сырья в экстрактор (1) через транспортер (25)	Постоянно	Производи- тельность по сырью, кг	2000±50	Хронометраж продолжите- льности загрузки	Технолог, аппарат- чик
	Сборник (12)	Постоянно	Скорость подачи раствори- теля (жидкая фаза), л/ч	1800±30	Ротаметр Р35	Аппарат- чик
	Подогреватель растворителя (9)	Постоянно	Температура раство-рителя ${}^{0}C$	45-55	Термометр Т27	Аппаратч ик
	Экстрактор (1)	Постоянно	Давление паров раствори- теля, подаваемых в вал экст-рактора	0,015-0,02	Манометр (M29)	Аппаратч ик
	Коллектор паровой (17)	Постоянно	Давление паров, МПа	0,35-0,40	Манометр (M30)	Аппаратч ик
	Коллектор водяной (18)	Постоянно	Давление воды, МПа	0,20-0,40	Манометр (M31)	Аппаратч ик

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup> На рассмотрении

Продолжение таблицы 4

Продолжение	таолицы 4							
Объект контроля	Место контроля	Периоди- чность контроля	Контролируемый показатель	Предель- ные значения параметра	Метод и средство контроля	Исполни- тель		
Отгонка растворителя из отходов	На выходе из испарителя (29)	Отбор проб каждый час, анализ 1 раз в смену	Массовая доля конкрета в отходах, % от содержания в сырье, не более	5,0	Справочник технолога эфиро-масличного производства/Под ред. А.П. ЧипигиМ.,	Лаборант		
	Водоотдели тель (7)	Постоянно	Скорость гонки, л/ч	300±10	Ротаметр (Р36)	Аппарат- чик		
Дистилляция мисцеллы	На выходе из колонны (2)	Каждая партия на отправку потребите лю	Органо- лептическ ие и физико- химиче- ские пока- затели	Раздел 1 настоящей инструкции	Раздел 1 настоящей инструкции	Лаборант		
	Коллектор паровой (17)	Постоянно	Давление пара, МПа	0,25-0,30	Манометр (M61)	Аппарат- чик		
	Коллектор водяной (18)	Постоянно	Давление воды, МПа	0,20-0,40	Манометр (M62)	Аппарат- чик		
		Дистиллятор (4)		Постоянно	Скорость подачи мисцеллы на разбрызгивающую тарелку	600±20	Ротаметр (Р55)	Аппарат- чик
		Постоянно	Скорость подачи мисцеллы в ротор, л/ч	800±50	Ротаметр (Р56)	Аппарат- чик		
		Постоянно	Давление мисцеллы, МПа	0,20-0,30	Манометр (М57)	Аппарат- чик		
		Постоянно	Давление в дистил- ляторе, МПа	0,02-0,30	Манометр (M58)	Аппарат- чик		

#### СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

- 1 ДСанПіН 2.2.9.027-99 Державні санітарні правила і норми безпеки продукції парфюмерно-косметичної промисловості.
- 2 Меры пожарной безопасности для предприятий по переработке эфирномасличного сырья // Инструкция М.: ВНИИПО МВД СССР, 1988.-- С.68. (Заходи пожежної безпеки для підприємств з переробки ефіроолійної сировини.// Інструкція М.: ВНДІПО МВС СССР, 1988.-- С.68).
- 3 СанПиН 4946 89 Санитарные правила по охране атмосферного воздуха и населенных мест (Санітарні правила з охорони атмосферного повітря та населених міст).
- 4 СанПиН 42-126-4690-88 Санитарные правила по охране почвы от загрязнения промышленными предприятиями и бытовыми отходами (Санітарні правила з охорони ґрунту від забруднення промисловими підприємствами та побутовими відходами.)
- 5 ДСП 201-97 Державні санітарні правила по охороні атмосферного повітря населених міст (від забруднення біологічними і хімічними речовинами).
- 6 СанПиН 4630-88 Санитарные правила и нормы охраны поверхностных вод от загрязнения (Санітарні правила та норми охорони поверхневих вод від забруднення).
- 7 ТУ 51-940-70 Гелий газообразный (сжатый). Технические условия. (Гелій газоподібний (стиснений). Технічні умови).
- 8 ТУ 6-01-5743167-93-88 Кислота соляная техническая. Технические условия (Кислота соляна. Технічні умови).
  - 9 ТУ 6-09-3375-78 Гексан. Технические условия (Гексан. Технічні умови).
- 10 ТУ 6-08-1181-71 Бумага универсальная индикаторная (Папір універсальний індикаторний).
- 11 ТУ 46-28-844-81 Установка для экстрагирования эфиромасличного сырья в противотоке жидкой и паровой фаз экстрагента РЗ-ЭОА-3. Технические условия.

- 12 Концентратор углеводородных мисцелл НДК. Техническое описание и инструкция по эксплуатации. Утверждены ГСКБ НПО «Эфирмасло» 21.12.82
- 13 Технология натуральных эфирных масел и синтетических душистых веществ / И.И. Сидоров, Н.А. Турышева, Л.П. Фалеева, Е.И. Ясюкевич. М.: Легкая и пищевая промышленность, 1984.-368 с.
- 14 ГОСТ 12.0.003–74 ССБТ (СТ СЭВ 790–77). Опасные и вредные производственные факторы. Классификация.
- 15 ГОСТ 12.0.004–90 ССБТ. Организация обучения работающих безопасности труда. Общие положения.
  - 16 ГОСТ 12.1.004-91 ССБТ. Пожарная безопасность. Общие требования.
- 17 ГОСТ 12.1.005–88 ССБТ. Воздух рабочей зоны. Общие санитарногигиенические требования.
- 18 ГОСТ 12.1.007–76 ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности.
  - 19 ГОСТ 12.1.010-76 ССБТ. Взрывобезопасность. Общие требования.
- 20 ГОСТ 12.1.019–79 ССБТ (СТ СЭВ 4830–84). Электробезопасность. Общие требования.
- 21 ГОСТ 12.2.003–91 ССБТ. Оборудование производственное. Общие требования безопасности.
- 22 ГОСТ 12.3.002–75 ССБТ (СТ СЭВ 1 728–89). Процессы производственные. Общие требования безопасности.
- 23 ГОСТ 14 202–69. Трубопроводы промышленных предприятий. Опозновательная окраска, предупреждающие знаки и маркировочные щитки.
- 24 Правила устройства электроустановок (ПУЭ).- 6-е изд., М.:Энергоатомиздат, 1985.

Приложение И Акты внедрения

Погоджено	Затверджую Директор ТОВ «ТРИА»
Заступник директора	Корівник організації, де
ПФ НУБіП України «КАТУ»	<b>С.О.</b> Мак
з наукової роботи	втрованжена розробка
А.М. Ізотов	TOBAPLICTBO
2013 p.	« » <u>"ТРИА."</u> 2013 р.
Maria	идентифікаційний ког <b>М:П</b> :9930
A K	
* про впровадження результ	атів науково-дослідних,
дослідно-конструкторськи	к та технологічних робіт
purasies fincianies (	
	жується, що результати роботи
	ентів технології комплексної переробки
	то (Foeniculum vulgare Mill.)» напряму
«Розробка і вдосконалення ен	ергозберігаючих технологій переробки
сільськогосподарської продукц	ії» № державної реєстрації 0111U008808
	державної реєстрації
виконаної Півленним філіалом Наці	онального університету біоресурсів і
приполокористування України «Кры	мський агротехнологічний університет»
	ня виробництва жирів та ефірних олій
	ня вирооництва жирів та ефірних оліи
	бництва та технології переробки
ф	акультет
сільськогоспо	дарської продукції
2011-2013 рр. варт	
строки виконання	цифрами та прописом
сімдесят шість тися	н шістсот вісімдесят грн
PUPOPO POVOVI	AD IC
	иферопольського району АР Крим приємства, де здійснювалось впровадження
	присметов, де здіненюванось впровадження
· Comment of the comm	гехнологія комплексної переробки
	нхеля звичайного
технологи, сорти, породи, лін	ї, гібриди, препарати, машини тощо
2. Масштаби впровадження 5,4	
3. Новизна результатів науково-досл	
обгрунтована ресурсозберігаюч	а комплексна технологія переробки
за результатами патентних досліджи	ень або згідно з авторськими свідоцтвами,
рослин фенхелю з отриманн	ЯМ НОВИХ НАТУРАЛЬНИХ ПРОДУКТІВ пифікації, модернізація старих розробок
принципово пові, якісно нові, мод	пфикаци, модернізація старих розросок

4. Річний економічний ефект у грошово	МУ ВИРаЗ1 (із зазначенням цін якого року)
Чистий прибуток 2,0 грн/ кг сиров	вини у 2013 р. (або 5280 грн/ га)
Дві грн/ кг сировини (або п'ять т	гисяч двісті вісімдесят грн/ га)
5. Соціальний і науково-технічний ефек	одержані нові
натуральні продукти	
охорона навколишнього середовища	а, надр, поліпшення умов праці,
вдосконалення структури управління, спет	цальні призначення та ін.
Від ПФ НУБіП України «КАТУ»	Від підприємства ТОВ «ТРИА»
Начальник науково-дослідного	Головний інженер
сектору І.М. Кеньо	С.В. Пархоменко
«» 2013 р	«_» 2013 p.
в в по керівник розробки	y management and a second
Вергу О.В. Горбунова	Головний бухгалтер
«» 2013 p.	Н.А. Кузнецова
to the second se	2013 p.

УТВЕРЖДАЮ: Директор ФОО «ТРИА» Е.А. Мак

#### AKT

# о внедрении результатов кандидатской диссертационной работы Горбуновой Елены Викторовны

Евгений «ТРИА» Мак директор 000Мы, подписавшиеся, ниже стороны И представитель Южного филиала одной Александрович, Национального университета биоресурсов и природопользования Украины «Крымский агротехнологический университет» Горбунова Елена Викторовна аспирант кафедры технологии и оборудования производства жиров и эфирных масел, с другой стороны, удостоверяем, что в сентябре 2013 года был проведен выпуск опытной партии конкрета, масла абсолю и воска фенхеля обыкновенного.

Масло конкрет — густая мазеобразная масса темно-зеленного цвета с бурым оттенком с запахом растений фенхеля. Выход его составил 0,78 % на сырую массу или 3,4 % на абсолютно-сухую массу.

- плотность 0,9698 кг/см<sup>3</sup>;
- кислотное число -2,6 КОН/г;
- показатель преломления 1,5238;
- содержание анетола 86,8 %;
- содержание фенхона 4,7 %.

Масло абсолю — подвижная прозрачная жидкость зеленовато-коричневого цвета с запахом растений. Выход 0,56% на сырую массу.

- плотность 0,9711 кг/см<sup>3</sup>;
- кислотное число 13,9 КОН/г;
- показатель преломления 1,5295;
- содержание анетола 68,4 %;
- содержание фенхона 10,06 %.

Воск представляет собой мазеобразную консистенцию белого цвета со слегка кремовым оттенком, со слабым запахом растения фенхеля. Выход из целых растений фенхеля составил 14,5% на абсолютно-сухую массу.

- температура плавления 51  $^{0}$ C;
- кислотное число -5,6 КОН/г;
- эфирное число − 50,8 КОН/г;
- содержание влаги 0,3 %.

Главный инженер Представитель

ООО «ТРИА»

С.В. Пархоменко

Е.В. Горбунова

ЮФ НУБ и П Украины «КАТУ»