

2.3.21.5. МАСЛА ЖИРНЫЕ РАСТИТЕЛЬНЫЕ OLEA HERBARIA

ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Масла жирные растительные – это природные смеси триглицеридов жирных кислот, которые представляют собой сложные эфиры глицерина и высших жирных кислот. Они могут содержать незначительные количества других липидов, например, воски, свободные жирные кислоты, частичные глицериды или неомыляемые вещества.

В зависимости от способа получения масла жирные растительные подразделяются на:

- *Масло первого отжима*: масло, полученное из сырья определенного качества путем механической обработки (например, путем холодного прессования или центрифугирования);
- *Масло очищенное (в том числе, рафинированное)*: масло, полученное путем прессования и/или экстракцией растворителем с последующей щелочной очисткой (в целях обесцвечивания и дезодорации) или физической очисткой;
- *Масло гидрогенизированное*: масло, полученное путем прессования и (или) экстракции растворителем с последующей щелочной или физической очисткой, по возможности обесцвечиванием при высушивании, гидрировании и дезодорировании.

Для производства парентеральных лекарственных препаратов используют только масла, очищенные путем обработки щелочью.

ПРОИЗВОДСТВО

Масла жирные растительные получают из семян, плодов или косточек/косточков/ядер различных растений путем отжима (прессования) и (или) экстракции подходящим растворителем и затем по возможности, очищают и гидрогенизируют. При необходимости допускают добавление подходящего антиоксиданта.

Если растение имеет высокое содержание масла, то масло обычно получают отжимом при нагревании с последующей экстракцией. Если растение имеет низкое содержание масла, то масло обычно получают путем прямой экстракции.

Принимают меры для обеспечения соответствия содержания бензо[а]пирена в пределах, разрешенных уполномоченным органом. Согласно Изменению № 2 в технический регламент Таможенного союза «Технический регламент, на масложировую продукцию» предельное содержание бензо[а]пирена не должно превышать 2,0 ppb.

МЕТОДЫ ПОЛУЧЕНИЯ ЖИРНЫХ РАСТИТЕЛЬНЫХ МАСЕЛ

Механические способы получения

А. Прессование

Винтовое прессование под высоким давлением

Способ включает несколько или все нижеследующие стадии: очистка, сушка, лущение или шелушение, измельчение, тепловая обработка и отделение от хлопьев (чешуи).

На стадии очистки удаляют посторонние примеси.

Лущение или шелушение используют обычно для получения продукта с большим содержанием белков путем уменьшения волокон и для уменьшения примесей в масле.

Сушка может быть необходима, если содержание влаги в семенах превышает ее допустимое содержание для последующей обработки.

Тепловую обработку применяют для различных целей, например, для разрушения клеток, содержащих масло, снижения вязкости масла, коагуляции белков, регулирования

уровня влажности, стерилизации семян, детоксикации нежелательных компонентов семян (например, госсипола из семян хлопчатника) и фиксирования определенных фосфатидов в жмыхе для снижения потерь масла при дальнейшей очистке.

Процесс прессования считается эффективным, если в жмыхе остается от 3 % до 6 % масла.

Влажное винтовое прессование.

Плоды (гроздь, например, пальмовые) загружают в сетчатые барабаны и перекадывают в горизонтальный стерилизатор для обработки перегретым паром.

Назначением данного стерилизатора является инактивация ферментов, разрыхление плодов, коагуляция белков и т.д.

После прогревания, например, в автоклаве, мякоть загружают в шнековый пресс.

Масло осветляют в центрифуге и высушивают под вакуумом.

Предварительное прессование с последующей экстракцией растворителем.

Способ включает вышеописанную последовательность стадий.

Основным назначением процесса предварительного прессования является получение жмыха с высокой проницаемостью для последующей стадии экстракции растворителем.

Экстракцию проводят в перколяционных или иммерсионных (аппарат для погружения) аппаратах.

Процесс экстракции растворителем считается эффективным, если остаточный уровень масла в использованном сырье (жмыхе) не превышает 1 %.

Б. Центрифугирование

Липофильную фазу отделяют от водной фазы, содержащей водорастворимые компоненты и остатки твердых частиц, центрифугированием.

Такой способ производства осуществляют с использованием:

- дисковых и самоочищаемых барабанных центрифуг;
- декантаторов (центрифуг декантерных), представляющих собой горизонтальные турбины, с цилиндрической чашей, постепенно сужающейся к одному концу и содержащей непрерывно вращающийся шнек, очищающий бортики чаши; шнек и чаша вращаются с разной скоростью; твердые частицы отбрасываются на узкий конец чаши, а масло вытекает с противоположного конца.

Экстракция растворителем

Перед экстракцией выполняют следующие действия: для отделения от шелухи и конденсирования по влажности семена выдерживают около недели при температуре ниже 24 °С, затем их очищают, измельчают и очищают от шелухи.

Наиболее часто используют растворитель, представляющий собой смесь н-гексана и метилпентанов (точка кипения: от 65 °С до 70 °С), обычно называемый «гексан».

Вследствие высокой опасности воспламенения или взрыва смеси допускается использование сжиженных и сверхкритических газов.

Очистка (рафинирование)

Для удаления из масла примесей и загрязнителей проводят очистку с наименее возможным разрушением триглицеридов и минимальными потерями масла.

В результате очистки уменьшается содержание следующих веществ:

- свободных жирных кислот, которые могут вызвать ухудшение качества в результате окисления, появление вкуса дыма при нагревании и острого запаха (при щелочной очистке);
- воды, способствующей ферментативному гидролизу (при щелочной очистке, сушке);

- частичных глицеридов, способных вызвать пенообразование и обуславливать горький вкус (при нейтрализации, промывке).
- фосфатидов и соединений фосфора, обладающих эмульгирующими свойствами, которые могут вызвать выпадение осадка, потемнение масла при нагревании, помутнение и ухудшение внешнего вида и неудовлетворительную стабильность органолептических свойств (при щелочной очистке);
- красящих веществ, например, хлорофилла (при щелочной очистке) и каротиноидов (при обесцвечивании);
- гликолипидов, которые могут образовывать коллоидные растворы с водой;
- свободных углеводов, парафина, восков и смолистых веществ;
- металлов (Fe, Cu, Pb, Sn, Pt, Pd и др.), являющихся сильными катализаторами окисления;
- пигментов, например, госсипола (в масле семян хлопчатника) или микотоксинов, например, афлатоксинов (в основном в семенах арахиса культурного);
- пестицидов;
- продуктов окисления (альдегиды, пероксиды);
- белков, вызывающих аллергические реакции;
- неомыляемых веществ (стеролы, токоферолы и другие витамины);
- полициклических ароматических углеводов.

Щелочная очистка

Включает следующие стадии: если необходимо обессмоливание, нейтрализация с использованием щелочи, промывка и сушка.

Обессмоливание

На данной стадии проводят обработку водой и/или фосфорной кислотой и (или) натрия хлоридом, вследствие чего удаляются фосфатиды, соединения фосфора и металлы.

Применение данной стадии зависит от природы масла.

Нейтрализация щелочью

На данной стадии уменьшается содержание свободных жирных кислот, оно должно составлять менее 0,1 %; жирные кислоты превращаются в нерастворимые в масле мыла, также называемые «мылоподобные».

Другие вещества, такие как, слизистые вещества, фосфатиды, продукты окисления, красящие вещества и другие могут быть удалены путем адсорбции на таких мылах.

Все вещества, нерастворимые в масле, удаляются при гидратации.

Недостатком нейтрализации щелочью является омыление части нейтрального масла, если нейтрализация проведена недостаточно тщательно.

Промывка

Данная стадия заключается в удалении избытка мыл и щелочей, также следов металлов, фосфатидов и других примесей с помощью горячей воды.

Сушка

Остатки воды удаляют под вакуумом перед следующими стадиями, например, обесцвечиванием.

Физическая очистка

Стадия включает паровую обработку масла при низком давлении и температуре выше 235 °С.

Данный способ пригоден только для масел с низким содержанием фосфатидов и металлов (пальмовое, кокосовое и оливковое) или для масел, из которых фосфатиды и металлы удалены обработкой кислотой фосфорной концентрированной и последующей адсорбционной обработкой активированной отбеливающей глиной (для подсолнечного, рапсового и соевого масел).

Такой способ очистки не применяют для неустойчивых к температуре масел (хлопковое масло), темнеющих при обработке.

Обесцвечивание

Общим методом обесцвечивания является адсорбционная обработка масла выдержанного при температуре 90 °С в течение 30 мин под вакуумом в присутствии обесцвечивающей глины (природной или активированной) или угля (активированного или неактивированного); также допускается добавление синтетических адсорбентов.

Вещества, например, хлорофилл и каротиноиды, оставшиеся после очистки, на данной стадии удаляются полностью.

Дезодорирование

Дезодорирование устраняет запахи, летучие вещества и остаток органического растворителя, используемого для экстракции. Оно заключается в впрыскивании сухого пара в масло, которое выдерживают под вакуумом при высокой температуре.

В зависимости от вида масла используют различные температурные режимы: от 200 °С до 235 °С в течение 1,5–3 ч или выше 240 °С в течение 30 мин.

Одной из основных побочных реакций является термическое обесцвечивание путем разрушения каротиноидов при температуре выше 150 °С. Такая процедура приводит к потере веществ, способных отгоняться (свободные жирные кислоты, стеролы, токоферолы, часть очищенного масла), также к цис-транс изомеризации по двойным связям ненасыщенных жирных масел

Охлаждение (депарафинизация)

Охлаждение представляет собой процесс удаления твердых частиц и воска путем фильтрации при низкой температуре (депарафинизация).

Твердые частицы и воски могут повлиять на внешний вид масла и выпасть в осадок.

Гидрирование

Гидрование высушенного и/или обесцвеченного масла осуществляют с использованием катализатора (например, Ni, Pt, Pd) при температуре примерно от 100 °С до 200 °С под давлением водорода.

Катализатор затем удаляют путем фильтрации при температуре 90 °С.

Водород должен быть очищенным, то есть свободным от каталитических ядов, воды с низким содержанием углерода диоксида, метана и азота.

При этом может быть получено небольшое количество полимеров. Транс-жирные кислоты образуются вследствие частичного гидрирования.

Хроматографическая очистка

Для получения масла высокой очистки, например для парентерального применения, масло дополнительно очищают пропуская через колонку, содержащую соответствующий сорбент.

Для повышения эффективности могут быть использованы растворители.

При этом удаляются преимущественно молекулы высокой полярности, например, окисленные вещества, кислоты, спирты, частичные глицериды и свободные стеролы.

Если масло используют при производстве парентеральных лекарственных препаратов, указанные в частных фармакопейных статьях, предельные значения кислотного и пероксидного чисел, также содержания воды могут быть различными.

СВОЙСТВА

Определяют внешний вид, вкус, запах масла жирного растительного.

ИДЕНТИФИКАЦИЯ

Для идентификации масел жирных растительных используют качественные реакции. Также используют метод абсорбционной спектрофотометрии в ультрафиолетовой видимой областях (2.1.2.24), методом высокоэффективной

хроматографии (2.1.2.28), газовой хроматографии (2.1.2.27), методом тонкослойной хроматографии (2.1.2.26).

ИСПЫТАНИЯ

В случае применимости, масло жирное растительное должно соответствовать требованиям следующих испытаний.

Показатель преломления (индекс рефракции) (2.1.2.6).

Оптическое вращение (2.1.2.7).

Относительная плотность (2.1.2.5).

Вязкость (2.1.2.8).

pH (2.1.2.3).

Температура затвердевания (2.1.2.17).

Температура плавления (2.1.2.14) или (2.1.2.15).

Йодное число (2.1.5.4).

Кислотное число (2.1.5.1).

Пероксидное число (2.1.5.5).

Гидроксильное число (2.1.5.3).

Число омыления (2.1.5.6).

Анизидиновое число (2.1.5.15).

Неомыляемые вещества (2.1.5.7).

Тяжелые металлы (2.1.4.21).

Микробиологическая чистота (2.3.1.2).

Если обосновано или разрешено уполномоченным органом, отдельные испытания каждой серии можно не проводить.

Определение фальсификации масла жирного растительного

Для выявления одного или нескольких фальсифицированных продуктов, в случае применимости испытания, могут быть использованы такие инструментальные методы, как ЯМР-спектроскопия (2.1.2.45), ИК-спектроскопия (2.2.23), методы высокоэффективной жидкостной хроматографии (2.1.2.28), тонкослойной хроматографии (2.1.2.26) или газовой хроматографии (2.1.2.27) или любой другой подходящий метод.

УПАКОВКА

В соответствии с требованиями общей фармакопейной статьи (2.1.9.17) масла жирные растительные упаковывают в стеклянную, металлическую или другую хорошо укупоренную тару, заполненную доверху.

МАРКИРОВКА

На этикетке указывается:

способ получения (прессование или экстракция), если применимо;

возможность использования масла для производства парентеральных лекарственных форм, если применимо.