Шифр: Пектиновий концентрат

Технологія отримання пектинового концентрату з бурякового жому

ЗМІСТ

Вступ 3

РОЗДІЛ 1. Літературний огляд. 6

РОЗДІЛ 2. Експериментальна частина.

2.1 Технологія отримання пектинового концентрату з бурякового жому. 12

2.2 Методи аналізу пектинів. 18

РОЗДІЛ 3. Обговорення результатів. 22

Висновки 25

Літературні джерела 26

Анотація 29

ВСТУП

За даними Міжнародної асоціації виробників пектину IPPA (International Pectin Producers Association) споживання пектину на світовому ринку щорічно зростає на 5%.

Необхідність збільшення асортименту та обсягів виробництва функціональних продуктів харчування для населення вимагає істотного розширення ринку різних харчових полісахаридів, що одержуються з природної сировини. Одним з природних гідроколоїдних полісахаридів є пектин, виробництво якого активно розвивається в сфері бізнесу в таких країнах: США, Європи, Південної Америки, Китаю, Ірану становить понад 30 тис. тонн [1].

Природні пектини з рослинної сировини, плодів, ягід і фруктів є важливою частиною раціону людини і представляють основу ряду лікарських засобів і біологічно активних добавок.

Застосування пектину в технології ліків обґрунтовано його функціональними характеристиками і технологічним призначенням. Згідно з літературними даними [2], пектин використовують у виготовленні супозиторіїв, капсул, жувальних таблеток.

У харчовій промисловості високометоксильовані пектини широко використовуються в якості гелеутворюючих агентів при виробництві джемів, мармеладі, желе і кондитерських виробів, тоді як низькометоксильовані пектини часто використовуються в якості стабілізаторів в підкислених молочних напоях [3, 4].

У парфумерній технології пектин затребуваний як речовина, що містить галактуронову кислоту, яка має властивості утримання вологи, розгладження зморшок, підвищення тонусу шкіри і як згущувач в гелях.

Пектинові речовини мають широкий спектр біологічної активності і використовуються також і в лікувально-профілактичних цілях: при лікуванні діабету, атеросклерозу, ішемії серця, кишково-шлункових

захворювань, вони мають здатність виводити з організму людини важкі метали (свинець, цинк, молібден і ін.). Пектини підвищують стійкість організму до алергії, нормалізують кількість холестерину, використовуються в якості регуляторів обмінних процесів в організмі людини [5].

В основному, в промисловому масштабі пектини витягуються з побічних продуктів виробництва фруктових соків (яблучні вичавки і шкірка цитрусових, червоного буряка). Екстракцію проводять в кислих умовах, щоб отримати високометоксильовані пектини і низькометоксильовані пектини.

Буряковий пектин по гелі утворюючої здатності дещо поступається пектинам яблучним і цитрусовим, але, разом з тим, має набагато кращі комплексоутворюючі властивості, що надзвичайно важливо для виробництва продуктів лікувально-профілактичного та захисного призначення.

На даний час відомо багато різних способів отримання пектинових сполук (наприклад, технології з використанням ультразвукових кавітаційних технологій, турбулізатора, мікроорганізмів штамів Bacillus subtilis, Bacilus cereus, Bacillus amyloliquefaciens, Bacillus circulans, Bacillus coagulans, Bacillus firmus, Bacillus licheniformis, Bacillus pumilis, Bacillus macerans, та аналогічні штами або мутантні штами цих бактерій*)*, але традиційним способом залишається кислотно - термічний гідроліз бурякового жому, яблучних, виноградних і цитрусових вичавок [6, 7, 8, 9, 10].

Існуючі традиційні технології мають ряд переваг та недоліків, які впливають на якість, властивості та вихід пектинових сполук. Наприклад, використання досить високої концентрації соляної кислоти призводить до отримання пектину з високим ступенем гідролізу, що призводить до значного зниження структуроутворюючих властивостей розчинів пектину і обмежує

його використання в харчовій промисловості, а використання низького гідромодуля призводить до поганої відтворюваності характеристик одержуваних пектинових речовин, а також до зниженого рівня виходу пектинових сполук, а відходи виробництва забруднюють навколишнє середовище.

Необхідність удосконалення технології отримання пектинового концентрату з бурякового жому пояснює інтерес та актуальність до вивчення технології отримання пектинових концентратів.

РОЗДІЛ 1. ЛІТЕРАТУРНИЙ ОГЛЯД.

Пектин (від грецького *pektos* – густий, застиглий) представлений лінійними полімерами, побудованими з частково етерифікованим метиловим спиртом залишків D-галактуронової кислоти (пектинові кислоти), а також гетерополісахаридами, ланцюги яких складаються з D-галактуронової кислоти та моноцукрів – D-галактози, L-рамнози й L-арабінози (пектові кислоти). Лінійні ланцюжки пектинових кислот містять від 200 до 1000 залишків галактуронової кислоти, з'єднаних між собою α-1,4- глікозидними зв'язками. Якщо ступінь етерифікації метиловим спиртом понад 50 % – це високоетерифікований пектин (H - pectin), якщо менше 50 % – низькоетерифікований пектин (L - pectin). Пектова кислота є повністю деметоксильованим пектином [11].

Найважливішим напрямом підвищення ефективності сучасного виробництва пектинових сполук є створення мало - і безвідходних технологій та більш широке використання вторинних ресурсів сировини. Цим вимогам відповідає виробництво пектину і пектинопродуктів із бурякового жому, яблучних, виноградних і цитрусових вичавок. На жаль, нині рівень використання вторинних ресурсів у харчовій промисловості становить 20-30% від загальної їх кількості, а на виробництво пектину направляється лише 0,2-0,3% бурякового жому та 2-3% яблучних вичавок [12].

Сучасна промислова технологія пектину ґрунтується на кислотно-термічному гідролізі і складається з чотирьох основних груп процесів:

Перша — підготовка сировини, гідролізне екстрагування пектину, очищення та концентрування пектинового екстракту;

Друга — вилучення пектину з рідинної фази у вигляді сухого продукту;

Третя — одержання пектину з різними властивостями, які характеризуються тонким очищенням пектинового екстракту й коагулянту

при оптимальних технологічних параметрах до досягнення відповідної швидкості драгле і комплексоутворення;

Четверта — об’єднання процесів регенерації етилового спирту, що застосовується в процесах другої групи, утилізація відходів виробництва та очищення стічних вод [12].

Основними структурними ознаками пектинових речовин є лінійні молекули полігалактуронової кислоти, в якій мономірні кільця сполучені 1,4-глікозидним зв’язком. Гетерополіцукридний характер пектину зумовлений присутністю трьох структурних одиниць: пектової кислоти, галактану та арабану.

В якості рослинної тканини, що містить пектинові речовини, використовують шкірку або оболонку часточок цитрусових. Такі способи дозволяють витягувати 30-35% пектинових речовин від теоретично можливої кількості, однак технології складні і трудомісткі, оскільки вимагають спеціального попереднього отримання ферменту і подальшого очищення ацетатним буфером, застосування якого вимагає очищення одержуваного продукту.

Відомий спосіб отримання пектину з рослинної сировини в м'яких умовах [13] полягає в обробці рослинної сировини, в якості якого використовують яблучні вичавки, 0,1-0,2 N соляною кислотою в 50-70% етанолі і проведенні екстракції 1-2% водним розчином ацетату натрію при 40-50 °С і pH 6,0-6,5. Однак даний спосіб вимагає подальшого очищення одержуваного продукту. Використання кислоти в якості гідролізуючого агента призводить до отримання продукту невисокої якості. Крім того, сама технологія трудомістка, а відходи виробництва забруднюють навколишнє середовище.

Обробка органічними і неорганічними кислотами рослинної сировини для перекладу протопектину в розчинний стан представляє традиційний метод отримання пектинових речовин з рослинної сировини. Так, відомий

спосіб отримання пектину [14], що включає: гідроліз подрібненого жому буряка в присутності соляної кислоти при нагріванні, віджимання твердої фази, багатоступеневу екстракцію твердої фази при використанні для екстракції на кожній попередній ступені екстракту з наступної ступені, а для екстракції на останній ступені – води, осадження пектину з рідких фаз з подальшим його багатоступінчастим очищенням, зневодненням і сушінням.

Метод передбачає виділення пектину з попередньо висушеного при високій температурі бурякового жому. Спосіб включає наступні технологічні операції: сушка бурякового жому, подрібнення бурякового жому для отримання частинок розміром 1,2-1,5 мм, що містяться в кількості 48-50%, 28-30% – розміром 0,6-1,1 мм і 22-24% – розміром 0,3-0,5 мм, гідроліз подрібненої суміші фракції бурякового жому розчином соляної кислоти, що має величину середовища pH 0,5-0,9 при гідромодулі 1:2-6, екстрагування пектину на першому ступені і його відділення шляхом пресування бурякового жому після першого ступеня екстрагування до отримання гідромодуля 1:3-5, екстрагування пектину водою з подальшим пресуванням проекстрагованного бурякового жому, фільтрацію пектинового екстракту, осадження пектину етиловим спиртом, очищення і сушку пектину.

Недоліки способу:

- технологія передбачає висушування бурякового жому при високій температурі, що негативно позначається на якості виділення пектину. Високотемпературна обробка бурякового жому в процесі сушіння також викликає структурні зміни, які призводять до зниження у нанокристалічній частині модуля Юнга, що в свою чергу призведе до обмеження областей використання виділеної рослинної целюлози;

- використання досить високої концентрації соляної кислоти призводить до отримання пектину з високим ступенем гідролізу, що призводить до значного зниження структуроутворюючих властивостей розчинів пектину і обмежує його використання в харчовій промисловості;

- використання низького гідромодуля призводить до поганої відтворюваності характеристик одержуваних пектинових речовин, а також до зниженого рівня загального виходу, який становить 16,6 %;

- спосіб переробки бурякового жому не передбачає отримання целюлози з бурякового жому, так як екстрагований жом видаляється з виробництва.

Відомий спосіб [15] переробки бурякового жому, який включає наступні етапи:

- фракціонування - на цьому етапі відбувається подрібнення і просіювання висушеного жому;

- запарювання з метою гідратації частинок бурякового жому; кислотний гідроліз азотною кислотою з концентрацією 0,5-1% і гідромодулем 1:10-1:40 протягом 0,5-2 год при 90°С;

- перший лужний гідроліз з використанням 2-5% гідроксиду натрію з гідромодулем 1: 10 - 1: 40 протягом 0,5-2 год при 90 °С; другий лужний гідроліз, що проводиться аналогічно першому лужному гідролізу, відбілювання.

Цей спосіб також має ряд недоліків:

- він не передбачає виділення пектинових речовин, тому, що умови очищення целюлози від пектину і геміцелюлози азотною кислотою в зазначених концентраціях і умовах реакції не дозволяють отримувати пектинові речовини задовільної якості внаслідок високого ступеня їх кислотного гідролізу;

- високотемпературна сушка бурякового жому викликає структурні зміни в целюлозі, які призводять до зниження у нанокристалічної частині целюлози модуля Юнга, що в свою чергу веде до обмеження областей використання виділеної рослинної целюлози;

- очищення у два етапи целюлозних волокон розчином гідроксиду натрію з концентрацією до 5% при температурі до 95°С вимагає великої

витрати реагенту;

- використання сухого бурякового жому вимагає включення в технологію виділення целюлози або пектину додаткових етапів пов'язаних з його висушуванням і подальшим набуханням висушеного жому у воді.

Висновки:

В результаті аналізу літературних з технологій отримання пектинового концентрату можна зробити наступні висновки:

- Пектини – це велика група природних вуглеводів (гетерополісахаридів), які у рослинних тканинах, клітинних мембранах знаходяться у вигляді нерозчинних протопектинів і виконують для них роль механічного матеріалу.
- Одержана інформація свідчить про широке використання пектинів в кондитерській, консервній, молочній промисловостях, косметичній галузі та медицині. Кожна конкретна область використання висуває особливі технологічні вимоги до пектинів.
- Найчастіше використовується кислотний гідроліз для екстракції пектинів з рослинних матеріалів.
- Для гідролізу-екстракції пектинових продуктів (ПП) застосовують розчини як мінеральних (азотної, соляної, сірчаної), так і органічних (щавлевої, молочної, лимонної) кислот, а також розчини солей і лугу.
- Залежно від застосовуваного гідролізу агента гідроліз - екстракцію можна розділити на: кислотну, сольову і лужну, з яких найбільш поширена кислотна екстракція.
- Гідроліз ПП зазвичай проводять в кислотному діапазоні pH (1,0-1,3) в різний тривалості час (20-360 хв) і температурі (60-100 ° C) [16, 17].
- Однак, звичайна екстракція, яка використовується для виробництва пектину, провокує розпад бічних ланцюгів ПП. Отже, екстраговані ПП, швидше за все, будуть складатися як з розгалужених молекул, так

і частково деградованих компонентів ПП (менш розгалужених) [16,17,18, 19, 20].

- Більшість існуючих способів отримання ПП засноване на гідролізі-екстракції ПП під впливом різних гідролізуючих агентів в статичному режимі.
- Основними проблемами є деградація пектинових макромолекул і втрата властивостей цільових продуктів [18, 19, 20].

РОЗДІЛ 2. ЕКСПЕРЕМЕНТАЛЬНА ЧАСТИНА.

2.1 Технологія отримання пектинового концентрату з бурякового жому.

На першому етапі з сирого бурякового жому нами було виділені пектинові речовини шляхом проведення першої кислотної екстракції 0,3% - ним розчином хлоридної кислоти при величині pH ~1,6-1,8 протягом 1 год. при 90°С з використанням гідромодуля 1:200.

На другому етапі проводили другу кислотну екстракцію 1,2% - ним розчином хлористоводневої кислоти при 90°С з використанням гідромодуля 1:200 протягом 4 год.

Отриманий промитий грубий препарат целюлози бурякового жому після другої кислотної екстракції піддавали одноетапній лужній екстракції 0,5% - ним розчином гідроксиду натрію при 90°С протягом 1 год. з використанням гідромодуля 1:100 для подальшого очищення целюлози від залишків пектинових речовин, геміцелюлози, залишкового лігніну і ліпідів.

Таблиця 2.1 – Стадії технології отримання пектинового концентрату

Найменування	Вміст, %	Вага 100%, гр	Вага, технічна, гр	Вихід готового продукту,%
1 стадія				
1. Екстракція 1				
1.1 Бурячний жом - вміст сухої речовини - вода	88	 220 780	1000	
1.2 Розчин хлористоводневої кислоти (гідромодуль 1:200)	0,3	129,6	43220	
2.Віджим				
2.1 Жом (1) бурячний після екстракції	80	185	231,2	
2.2 Розчин після віджиму 1-ої екстракції (1)		(815ж)	43988,8	

3. Промивка жому				
3.1 Вода очищена для промивки жому (1) (гідромодуль 1:50)	99,9		9250	
3.2 Жом бурячний після екстракції (1)	80	185	231,2	
4.Віджим				
4.1 Жом бурячний (1)	80	178	222,5	
4.2 Розчин після промивки жому (2)			9258,7	
5. Нейтралізація та осадження				
5.1 Розчин (1) 5.2 Розчин (2)		(822ж)	53247,5	
5.3 Гідроксид натрію розчин	0,5	0,25	100	
5.4. Спирт етиловий	96	403,2	420	
5.5 Спирт етиловий	70	294	420	
6.Віджим:				
6.1.Пектин ВМ після осадження	80	41,8	52,2	19% вм пектини
6.2 Розчин після осадження високомолекулярних пектинів			54135,3	
2 стадія				
7.Екстракція 2				
7.1 Жом бурячний (1)	80	178	222,5	
7.2 Розчин хлористоводневої кислоти (гідромодуль 1:200)	1,2	427,2	35600	
8.Віджим				
8.1 Жом (2.1) після віджиму	80	168,0	210	
8.2 Розчин (2.1) після віджиму			35612,5	
9. Промивка:				
9.1 Жом (2.1) після віджиму	80	168,0	210	
9.2 Вода очищена для промивання жому (2.1) (гідромодуль 1:50)			8400	
9. Віджим				

9.1 Жом бурячний (2.2)	80	164,8	206	
9.2 Розчин (2.2) після промивки жому			8404	
10. Нейтралізація та осадження				
10.1 Розчини (2.1) та (2.2)			44016,5	
10.2 Гідроксид натрію розчин	0,5	96,0	500	
10.3 Спирт етиловий	96	316,8	330	
10.4 Спитр етиловий	70	231,0	330	
11. Віджим				
11.1 Осад пектинових сполук (НМ)	80	13,4	16,7	7,5% нм пектини
11.2 Розчин після фільтрації (2.3)			45159,8	
12. Екстракція лужна				
12.1 Жом (2.2)	80	164,8	206	
12.2 Натрію гідроксид розчин (гідромодуль1:100)	0,5	82,4	16480	
13. Віджим				
13.1 Жом (2.3)	80	140,1	175,1	
13.2 Розчин після віджиму (2.4)			16480	
13.3 Осад целюлози	80	24,7	30,9	
14. Промивка				
14.1 Осад целюлоза	80	24,7	30,9	15% целюлоза
14.2 Вода очищена (для промивання осаду) до pH 6,5 - 7,0				
15. Віджим				
16. Сушка				

Отримання пектинів здійснюється за нижче наведеною технологією.

Перша кислотна екстракція подрібненого на ножовому млині бурякового жому проводиться 0,3% - ним розчином хлористоводневої кислоти при величині pH ~1,6-1,8 протягом 1 год при 90 °С з використанням гідромодуля 1:200. Умови першої кислотної екстракції дозволяють виділяти високомолекулярні пектинові речовини з мінімальним рівнем кислотного гідролізу. Розчин з пектиновими речовинами відділяється від залишку

бурякового жому фільтруванням або центрифугуванням.

Отриманий залишок бурякового жому промивається водою при температурі 25 °С протягом 10 хвилин з використанням гідромодуля 1:50. Осад із залишками бурякового жому відділяється від розчину фільтруванням або центрифугуванням. Розчини пектинових речовин отриманих на етапі першої кислотної екстракції і промивання осаду бурякового жому після першої кислотної екстракції об'єднуються і нейтралізуються до величини pH 5,5 розчином гідроксиду натрію. Пектинові речовини із об'єднаного розчину виділяють шляхом їх осадження двома обсягами 96%-го етилового спирту з подальшим дворазовим промиванням осаду пектинових речовин 70% - вим етиловим спиртом.

Вихід пектинових речовин при цьому способі екстракції становить 19% від маси сухих речовин бурякового жому. Використання зазначеного режиму кислотної екстракції призводить до отримання пектинових речовин з високою молекулярною масою (28000 – 25000) завдяки низькому ступеню хімічного гідролізу.

Отримані на першому етапі високомолекулярні пектинові речовини можуть бути використані в харчовій промисловості в якості загусника і структуроутворювача.

Залишок бурякового жому, отриманий після першої кислотної екстракції, направляється на другу кислотну екстракцію.

Друга кислотна екстракція проводиться 1,2% - ним розчином хлористоводневої кислоти при 90°С з використанням гідромодуля 1: 200 протягом 4 годин з метою подальшого очищення целюлози бурякового жому від пектинових речовин і геміцелюлози. Осад із залишками бурякового жому відділяється від розчину фільтруванням або центрифугуванням. Отриманий осад після другої кислотної екстракції промивають водою при температурі 25°С протягом 10 хвилин з використанням гідромодуля 1:50.

Розчини пектинових речовин отриманих на етапі другої кислотної екстракції і промивання осаду бурякового жому після другої кислотної екстракції об'єднуються і нейтралізуються до величини pH 5,5 розчином гідроксиду натрію.

Пектинові речовини з отриманого розчину виділяються шляхом осадження двома обсягами 96% - нього етилового спирту з подальшим дворазовим промиванням осаду пектинових речовин 70% - ним етиловим спиртом.

Вихід пектинових речовин склав 7,5% від маси сухих речовин бурякового жому. Молекулярна маса пектинових речовин, отриманих при другій кислотній екстракції, знизилася, внаслідок кислотного гідролізу, і склала 25000.

Отримані на цьому етапі низькомолекулярні пектинові речовини можуть бути використані у фармацевтичній промисловості в якості фізіологічно активних речовин.

Отриманий промитий грубий препарат целюлози бурякового жому після другої кислотної екстракції піддають лужної екстракції для подальшого очищення целюлози від залишків пектинових речовин, геміцелюлози, залишкового лігніну і ліпідів.

Лужну екстракцію проводять 0,5% - ним розчином гідроксиду натрію при 90°С протягом 1 год з використанням гідромодуля 1:100 (з розрахунку на суху речовину бурякового жому).

Целюлозу бурякового жому відокремлюють центрифугуванням або фільтруванням. Осад целюлози промивається водою і направляється на сушку.

Вихід рослинної целюлози з бурякового жому склав 15% від маси сухих речовин бурякового жому.

У виділеній з бурякового жому целюлози пектинові речовини і геміцелюлоза виявлені не були.

Таблиця 2.2 – Вихід пектинових сполук та целюлози по стадіям

	Стадії процесу	1	2	3
1	Гідролізуючий реагент	HCl - 0,3%	HCl -1,2 %	NaOH -0,5%
2	pH	1,2 – 1,8		5,5
3	Температура, °C	90	90	90
4	Тривалість, год	1	4	1
5	Гідромодуль	1:200	1:200	1:100
6	Вихід: -високомолекулярних пектинів	19%	-	-
7	-низькомолекулярних пектинів	-	7,5%	-
8	- целюлози	-	-	15%
9	Молекулярна маса пектинів	28 000	25 000	-

Отримана очищена целюлоза може бути використана для виготовлення пакувального матеріалу, отримання мікрокристалічного, нанофібрилярного і нанокристалічного целюлозного волокна.

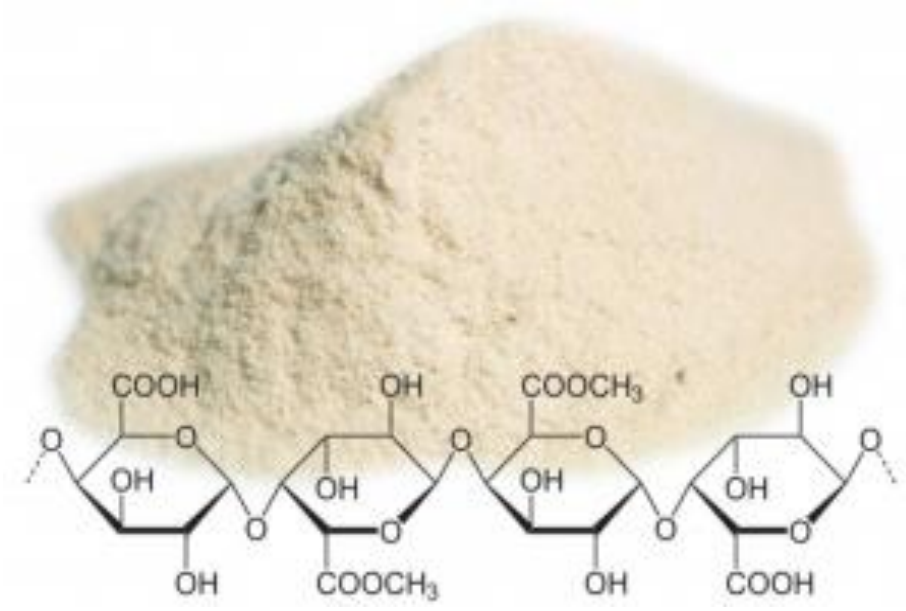

Рисунок 2.2 – Пектин (пектинові сполуки).

У разі використання при першій кислотній екстракції більш високих концентрацій хлористоводневої кислоти (0,6%; 0,9% або 1,2%) призводило до отримання пектинових речовин з виходом (21%; 19% і 23%) від маси сухих речовин бурякового жому. Використання більш високих концентрацій хлористоводневої кислоти призводить до зниження молекулярної маси пектинових речовин до 10 000 і навіть до 5 000 (табл.. 2.2).

Таблиця 2.3 - Виходи пектинів на 1 стадії екстракції залежно від концентрації хлористоводневої кислоти.

№	Концентрація розчину HCl,%	Вихід пектинів, %	Молекулярна маса пектинів
1	0,3	19	28000 - 26000
2	0,6	21	27000 – 23000
3	0,9	22	25000 – 22000
4	1,2	23	20000 – 15000
5	1,5 - 1,7	22	10000 – 5000

Розроблена технологія отримання пектинового концентрату з вичавків буряку дозволяє здійснювати повну переробку бурякового жому з отриманням пектинових речовин і целюлози, що мають мінімальні зміни властивостей, які можуть відбутися під час процесу їх виділення.

2.2 Методи аналізу пектинів.

2.2.1. Виділення пектину.

Гідролізну суміш розділяли на тверду і рідку фази центрифугуванням, тверду фазу промивали 50 мл дистильованої води, відокремлювали рідку фазу повторним центрифугуванням, яку додавали до основного екстракту, ретельно перемішували, фільтрували через паперовий фільтр і відбирали

аліквоту 50 мл для одержання пектину [21].

Пектин осаджували 96 % етиловим спиртом за температури 15 °С і витримували протягом 30 хвилин, отриманий осад пектину (коагулят) промивали спиртом у співвідношенні пектин : етиловий спирт 1:1, відфільтровували на попередньо зваженому паперовому фільтрі, висушували за 105 °С до постійної маси і зважували.

Вихід пектину розраховували за формулою:

$$П = \frac{a \cdot V}{A - m} \cdot 100\%$$

Де:

П — масова частка пектину, одержаного з проби вичавок, %;

a — маса отриманого пектину, г;

V — загальний об’єм екстракту, мл;

A — об’єм екстракту, взятого на осадження, мл;

m — маса сировини, г.

2.2.2 . Визначення пектинових речовин пектатним методом.

Вміст чистого пектину в пектиновому порошку визначали кальцій - пектатним методом [22].

З мірної колби відбирають 100 мл екстракту, переносять в стакан на 300 мл і додають 10 мл 1 N NaOH для омилення ефірів. Розчин залишають на ніч в темному місці, після чого до нього додають послідовно при перемішуванні по 50 мл 1 N CH_3COOH і CaC_{12} (11,1 г/л) і знову залишають на ніч. Потім нагрівають до кипіння і гарячий розчин фільтрують через скляний фільтр № 2. Осад промивають спочатку холодною водою для видалення лимоннокислого кальцію (проба на кальцій щавлевою кислотою), потім гарячою водою до негативної проби на іони хлору (проба з нітратом срібла). Осад на фільтрі висушують до постійної маси при 105°С. Вміст пектинових речовин (%) обчислюють за формулою:

$$ПР = \frac{2{,}5а \bullet 0{,}9235 \bullet Ке \bullet 100}{С}$$

Де : *а* - маса кальцій - пектату, г;

С - наважка абсолютно сухого рослинного матеріалу, г;

0,9235 - коефіцієнт перерахунку кальцій - пектату на пектинову кислоту;

Ке - коефіцієнт екстракції.

2.2.3 Метод визначення молекулярної маси пектинів.

Віскозиметричний метод є найпростішим і найбільш поширеним на практиці методом визначення середньої молекулярної маси високомолекулярних сполук. (ВМС) [23].

Молекулярні маси за даними віскозиметричних визначень розраховують за рівнянням Марка – Куна – Хаувінка:

$$[\eta] = К \bullet М^{\alpha}$$

звідки :

$$М = \sqrt[\alpha]{\frac{\eta}{K}}$$

Де: [η] - характеристична в’язкість, Па·с;

К – коефіцієнт сталий для розчинів даного ряду (для полісахаридів К=3,41·10^{-5} $см^3$/г);

α – величина, яка характеризує форму молекул даного ряду (α=1,01).

Молекулярну масу одержаного пектину розраховували після визначення характеристичної в’язкості 1%-го розчину пектину за допомогою формули, перетвореної з рівняння Куна-Марка [21]:

$$M = \log_a \frac{[\eta]}{k}$$

Де: [η] — характеристична в'язкість;

a, k — константи, які залежать від структури полімеру та його взаємодії з розчинником (для пектину a = 1,22; k= 1,1 · 10^{-5}).

2.2.4. **Значення pH середовища** пектинових екстрактів визначали потенціометричним методом.

РОЗДІЛ 3. ОБГОВОРЕННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ

Найбільш поширеним реагентом, що використовують для пом'якшення структури рослинної сировини та гідролізу протопектину, є хлоридна кислота, за допомогою якої створюють досить агресивне середовище (pH 0,7-0,8).

В нашій технології (розділ 2, п. 2.1), процес гідролізу пектинових речовин бурякового жому ми також проводили за допомогою хлористоводневої кислоти, так як цей спосіб є класичним та найбільш часто поширеним у світовій практиці. Але, ми використовували досить розбавлені розчини хлористоводневої кислоти (0,3%), що дозволило уникнути створення агресивного середовища та зберегти фізико-хімічні властивості пектинових сполук.

Технічний результат нашого дослідження полягає в послідовному отриманні пектину з сирого бурякового жому при повній його переробці. Сутність технології полягає в тому, що проводиться гідроліз подрібненого на ножовому млині бурякового жому в присутності хлористоводневої кислоти (розбавлений водний розчин - 0,3%) при нагріванні, віджимання твердої фази, багатоступенева екстракція твердої фази, осадження пектину з рідких фаз спиртом з подальшим його очищенням, зневодненням і сушінням пектину.

Пектини можуть бути очищені з водного розчину численними способами, наприклад, такими як осадження іонами двовалентних металів, спиртом, електростатичне осадження пектину-білкових комплексів [36, 37]. Серед відомих технологій метод осадження спиртом використовується найчастіше як в лабораторному, так і в промисловому масштабі, оскільки таким способом можливо отримати досить високий рівень виходу пектину і уникнути генерації небезпечних речовин. Виявлено, що фракції з більш

високим вмістом нейтральних цукрів і низькими виходами переважно осідають при відносно високих концентраціях етанолу. Виходячи з результатів, надійшли висновку, що висока концентрація етанолу необхідна для осадження певної фракції пектинових сполук, і залежить від структури пектину.

В нашій технології ми використовували осадження саме етиловим спиртом концентрація якого становила 96% та 70%.

Умови першої кислотної екстракції, а саме високий гідромодуль (1:200), розбавлені розчини хлористоводневої кислоти, та висококонцентровані спиртові розчини дозволяють виділяти високомолекулярні пектинові речовини з мінімальним рівнем кислотного гідролізу з виходом високомолекулярних пектинів порядку 19 % від сухого бурячного жому (розділ 2, табл. 2.1, 2.2). Вихід пектинів на першій стадії досить високий порівняно з відомими технологіями.

Використання зазначеного режиму першої кислотної екстракції призводить до отримання пектинових речовин з високою молекулярною масою 28000 - 25000 завдяки низькому ступеню хімічного гідролізу (розділ 2, табл. 2.3).

Отримані на першому етапі високомолекулярні пектинові речовини можуть бути використані в харчовій промисловості в якості загусника і структуроутворювача.

У разі використання при першій кислотній екстракції більш високих концентрацій хлористоводневої кислоти (0,6%; 0,9% або 1,2%) призводило до отримання пектинових речовин з виходом(21%; 19% і 23%) від маси сухих речовин бурякового жому. Використання більш високих концентрацій хлористоводневої кислоти призводить до зниження молекулярної маси пектинових речовин до 10 000 і навіть до 5 000 (табл.. 2.3).

Проведення другої кислотної екстракції в запропонованих умовах

(розділ 2, п.2.1) призводить до виходу пектинових низькомолекулярних сполук з виходом 7,5% сполук від сухого бурячного жому, з молекулярною масою 25000. (табл. 2.2, 2.3).

Отримані на другому етапі низькомолекулярні пектинові речовини можуть бути використані у фармацевтичній промисловості в якості фізіологічно активних речовин.

Отриманий промитий грубий препарат целюлози бурякового жому після другої кислотної екстракції піддають лужної екстракції для подальшого очищення целюлози від залишків пектинових речовин, геміцелюлози, залишкового лігніну і ліпідів (розділ 2, п.2.1, табл. 2.1).

Вихід рослинної целюлози з бурякового жому склав 15% від маси сухих речовин бурякового жому.

Отримана очищена целюлоза може бути використана для виготовлення пакувального матеріалу, отримання мікрокристалічного, нанофібрилярного і нанокристалічного целюлозного волокна.

Промивні води та розчини після осадження пектинів піддаються фільтруванню та знову можуть бути використані у процесі.

Залишок грубого жому після осадження и виділення пектинів та целюлози може бути використаний в якості сировини для виготовлення брикетів та полетів.

ВИСНОВКИ

Оптимізовані умови екстракції пектину з бурякового жому, а саме технологія отримання пектинового концентрату за рахунок високого гідромодулю та м’яких умов проведення першої екстракції бурячного жому, дозволяють отримувати пектинові сполуки з виходом до 25-30% із розрахунку на сухий жом.

Отримані високомолекулярні пектинові речовини (І-екстракція) можуть бути використані в харчовій промисловості в якості згущувача і

структуроутворювача.

Низькомолекулярні пектинові речовини (ІІ-екстракція) рекомендуються для застосування у фармацевтичній промисловості в якості біологічно активних речовин.

Буряковий очищений від пектину жом у вигляді целюлози (15% від маси сухих речовин) може застосовуватися для створення нанофібрілярної і нанокристалічної целюлози, яка використовується в медичній практиці.

Промивні води після кислотної екстракції піддаються фільтрації, а спиртові розчини після нейтралізації та осадження пектинів перегоняються і знову повертаються у технологічний процес.

Виділені пектинові речовини і целюлоза також можуть бути використані у виробництві нових матеріалів з поліпшеними показниками міцності, оптичними і бар'єрними властивостями по відношенню до вологи, кисню і температури зі значним підвищенням ефективності виробництва.

Запропонована технологія отримання пектину в порівнянні з відомими технологіями відрізняється безвідходністю і екологічністю та виходом пектинових сполук на рівні 16% високомолекулярних пектинів, та порядка 7,5 % низькомолекулярних пектинів.

Подальші дослідження дозволять поглибити знання про способи одержання і властивості пектинів та їх практичне використання.

Літературні джерела :

1. Соболь І.В., Родіонова Л.Я., Баришева І.М. Вивчення можливості отримання пектинових екстрактів високої чистоти // Науковий журнал КубГАУ. - 2016. - №123 (09). - С. 54-59.
2. Голубєв В.Н. Пектин: Хімія, технологія, застосування. - М: 1995. – 155 с.
3. Сокіл Н.В., Хатки З.М., Донченко Л.В., Фірсов Г.Г. Стан ринку пектину в Росії і за кордоном // Майкопський державний технологічний університет. - 2008. - С. 30-35.
4. Сокіл Н.В., хатки З.М., Донченко Л.В., Фірсов Г.Г. Стан ринку пектину в Росії і за кордоном // Майкопський державний технологічний університет. - 2008. - С. 30-35.
5. Минзанова С.Т., Миронов В.Ф., Коновалов А.И., Выштакалюк А.Б., Цепаева О.В., Миндубаев А.З., Миронова Л.Г., Зобов В.В.. Пектини із нетрадиційних джерел: технологія, структура, властивості та біологічна активність.-Казань.-2011.-с. 6-8.
6. Технология пищевых производств /Под ред. Ковалевской Л. П. — М.: Колос, 1997.-707 с.
7. Луговський О.Ф. Берник І.М. Виробництво пектинових концентратів з використанням ультразвукових кавітанційних технологій // Збірник наукових праць ВНАУ.-2011.- №9.-С. 150-163.
8. Олександр Лихобаба, Василь Гузенко, Захар Мазняк .Вибір сировини та схеми одержання пектинового концентрату. Матеріали Міжнародної науково-технічної конференції молодих учених та студентів. - 2012.-С.277 - 278.
9. Авторське свідоцтво СРСР 664947, C08B 37/06, 1979.
10. Патентна заявка GB № 2201684, C08B 37/06, 1988.
11. 3. Донченко Л.В. Технология пектина и пектинопродуктов: учеб. пособие. – М.: ДеЛи, 2000. 255с.

12. Технология пищевых производств /Под ред. Ковалевской Л. П. — М.: Колос, 1997.-707 с.
13. Авторське свідоцтво СРСР 840043, С08В 37/06, 1981.
14.Пат. Росії № 2022969, МПК С08В 37/06, 1994.
15. Пат. Росії № 2501810, МПК С08В 15/00, 2013.
16. Халиков, Д.Х. Физико-химические основы распада протопектина растительных клеток под действием кислотных катализаторов / Д.Х.Халиков, З.К. Мухидинов // Химия природных соединений. – 2004. - № 2. – С. 89-100.
17. Yapo, B.M. Effect of extraction conditions on the yield, purity and surface properties of sugar beetpulp pectin extracts / B.M. Yapo, C. Robert, I. Etienne, B. Wathelet, & M. Paquot // Food Chemistry. – 2007. – V.4. - №100. – P. 1356–1364.
18. Muhidinov Z.K. Effect of temperature on the intrinsic viscosity and conformation of different pectins/ Z.K. Muhidinov, M.L. Fishman A.A. Avloev et. Al.// Polymer Sciences Journal, Series A. – 2010. – V. 52. – № 12. – P. 1257-1263.
19. Zykwinska, A. Extraction of green labeled pectins and pectic oligosaccharides from plant byproducts / A. Zykwinska, M.H. Boiffard, H. Kontkanen, J. Buchert, J.F. Thibault, & E. Bonnin // Journal of Agricultural and Food Chemistry. – 2008. – V.19. - №56. – P. 8926–8935.
20. Мухидинов, З.К. Физико-химические аспекты получения и производства пектиновых полисахаридов: дисс. д.хим.н: 02.00.04/ Мухидинов Зайниддин Камарович – Душанбе. – 2003.- 230 с.
21. *Шелухина Н.П.* Пектин и параметры его получения / Н.П. Шелухина, Р.Ш. Абаева, Г.Б. Аймухамедова. — Фрунзе: «Илим», 1987. — 108 с
22. Оленников Д. И., Рохин А. В. Полисахариды Fabaceae III. Галактоманнан семян Astragalus cicer // Химия природних соединений. – 2010. – № 2. – С. 143–145.

23. Донченко Л.В. Технология пектина и пектинопродуктов: учеб. пособие. – М.: ДеЛи, 2000. 255с.

АНОТАЦІЯ

Актуальність теми. Відповідно до сучасного розвитку фармацевтичного сектору галузі охорони здоров'я України на сьогоднішній день досить важливим напрямком для підвищення рівня якісного, безпечного, ефективного та доступного лікарського забезпечення населення країни є розробка та вдосконалення технології отримання пектинів. В зв'язку з цим удосконалення технології виробництва пектинового концентрату з бурячного жому є актуальною задачею для підвищення виробництва продуктів лікувально-профілактичного та захисного призначення.

Мета дослідження. Вивчити теоретичні аспекти отримання пектинового концентрату, проаналізувати відомі технології отримання пектинового концентрату з бурякового жому та запропонувати вдосконалену технологію отримання пектинового концентрату.

Для досягнення мети поставлені наступні завдання:

1. Узагальнити літературні дані про технології отримання пектинового концентрату та властивості пектинових сполук.
2. Визначити фактори які впливають на вихід та якість пектинових сполук.
3. На основі аналізу літературних джерел провести наукові дослідження щодо отримання пектинового концентрату з бурякового жому з виділенням якісного пектину та високим виходом пектинового концентрату.

Використана методика досліджень. В роботі були використані: потенціометричний метод для визначення pH середовища, віскозиметричний метод для визначення молекулярної маси, пектатний метод для визначення чистого пектину, виділення пектинів із гідролізної суміші методом осадження 96% спиртом.

Характеристика роботи:

Запропонована технологія отримання пектинового концентрату за оптимізованими умовами екстракції пектину з бурякового жому, а саме технологію отримання пектинового концентрату за рахунок високого гідромодулю (1:200) та м’яких умов проведення першої екстракції бурячного жому (pH 1,6 – 1,8). Технологія дозволяє отримувати пектинові сполуки з виходом до 25-30% із розрахунку на сухий жом.