



Республика Таджикистан

(19) **TJ** (11) **290**

(51)) **МПК(2006) C 08 B**
37/06; A 61 K 31/70; A 23 L 1/0524

ГОСУДАРСТВЕННОЕ ПАТЕНТНОЕ
ВЕДОМСТВО

(12) **Описание изобретения**

К МАЛОМУ ПАТЕНТУ

1

(21) 0900307

(22) 06.05.2009

(46) Бюл.57 (1), 2010

(71) Мухидинов З.К. (TJ).

(72) Мухидинов З.К. (TJ); Горшкова Р.М. (TJ);

Халикова С. (TJ); Халиков Дж.Х. (TJ).

(73) Мухидинов З.К. (TJ).

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ПЕКТИНА ИЗ РАСТИТЕЛЬНОГО СЫРЬЯ

(56) 1. RU 2322456 C2, Способ получения пектина. 20.04.2008. C08B 37/06

2. US 5627269, Process for the extraction of soluble polysaccharides Application. April 29,1998.

3. US 2,586,407, Process for the extraction of pectic substances from vegetable matter. February 19, 1952.

(57) Изобретение относится к технологии произ-

2

водства пектина из растительного сырья, а именно к эффективному способу выделения подсолнечного пектина и может быть использовано при производстве продуктов профилактического и лечебного назначения, а также в пищевой и фармацевтической промышленности.

Способ получения пектина из подсолнечника включает их измельчение, предварительную обработку раствором хлорида натрия, гидролиз-экстрагирование твёрдой фазы в динамическом режиме соляной кислоты ($\text{pH} = 1,6 \div 5,5$) при гидромодуле 1:20 и кратковременном контакте пектинового раствора (5-10мин) при нагревании 85-120°C, самотечное отделение жидкой фазы, центрифугирование, ультрафильтрационное концентрирование и осаждение этанолом.

Изобретение относится к технологии производства пектина из растительного сырья, а именно к эффективному способу выделения подсолнечного пектина и может быть использовано при производстве продуктов профилактического и лечебного назначения.

Известен способ получения пектина, заключающийся в том, что предварительно измельченные корзинки и стебли подсолнечника обрабатывают раствором хлороформа и этанола, приготовленным в соотношении 1:3, взятых соответственно в соотношении 1:6 с последующим экстрагированием на водяной бане при температуре 75-80°C в течение 30-40 мин и последующим фильтрованием растительного сырья для отделения экстракта и дальнейшим 4-кратным экстрагированием при нагревании различными реактивами, смешением экстрактов, нейтрализацией их гидроксидом аммония и осаждением этиловым спиртом, отжимом и высушиванием. [1].

Недостатком этого способа является высокая токсичность используемого реагента -хлороформа, а также сложность и длительность процесса получения, что приводит к ухудшению качества пектиновых веществ.

Существует способ экстракции полисахаридов [2] такие как пектин и каррагинан, включающий пропусканием экстрагента через неподвижный слой полисахарид содержащего материала для одновременного гидролиза и экстракции полисахарида из остатка растительного материала. В данном способе не требуется фильтрации раствора экстракта. К растительному материалу, для лучшего фильтрование раствора гидролизата, может быть добавлен наполнитель.

Однако данный способ не эффективен для экстракции пектина из подсолнечника.

Наиболее близким к способу, описанному в изобретении, является способ получения пектина из растительного исходного материала [3], включающий а) пропускание слабокислого раствора с концентрацией не превышающегося 1%. через колонку заполненной исходного материала для удаления ионов кальция и магния, б) промывание колонки водой для удаления кислоты, в) экстрагирование пектиновых веществ из колонки раствором щелочи. Практически это происходит так: Одну часть сухие и измельченные корзинки и стебли подсолнечника (20г) загружают в колончатый экстрактор и промывают водой. Колонку промывают 10 частью 1% раствором соляной кислоты для удаления ионов кальция и магния, связанных с пектином, заменяя их на ионы водорода. Колонку затем промывают водой до полного удаления остатка кислоты и подают в колонку 20 частей 0,5% раствор карбоната натрия, для того чтобы нейтрализовать пектовой кислоты и перевести его в жидкую фазу. Полученного золь пектовой кисло-

ты свободные от примесей затем осаждают добавлением 0,25 частью соляной кислоты. Полученный гель обезвоживают пропусканием через металлической сито из нержавеющей стали, пропускают через пресс затем снова нейтрализуют горячим насыщенным раствором бикарбоната натрия, сушат при температуре около 60°C и измельчают. Суммарный распад протопектина при этом составляет 38,6%. выход пектина - 13,8%. Содержание галактуроновой кислоты - 67,6%, значение степени этерификации -18,4%.

Недостатком этого способа является недостаточно полное экстрагирование пектина при низких температурах, причём при экстракции пектина щелочью происходит частичное деградации пектина по механизму р-элиминирования и его дегидратации, который приводит к потере качества конечного продукта.

Целью изобретения является уменьшение времени контакта с кислыми растворами в процессе предварительной обработки растительного сырья и ее гидролиза, снижение кислотности среды, увеличение выхода и улучшение качества конечного продукта.

Поставленная цель решается тем, что в заявляемом способе включающем гидролиз-экстракцию сырья разбавленным раствором соляной кислоты при нагревании, отделение экстракта, фильтрование и выделение пектина, в качестве сырья используют измельчённые корзинки и стебли подсолнечника, которые предварительно обрабатывают 1 - 3М растворами натрия содержащих солей. Гидролиз-экстракцию проводят при помощи раствора соляной кислоты в динамическом режиме на колонке, при различных концентрациях кислоты (рН = 1,8 - 5.5). гидромодуле 1:20 температуре 85 С в течение довольно короткого контакта пектиновых веществ (далее ПВ)с кислым раствором гидролизата. 3-10 минут.

На фиг. 1 показана технологическая схема, которая в общем виде позволяет проиллюстрировать предлагаемый в изобретении способ и пояснить простоту его осуществления. Как показано на фиг.1, раствор соли (1) или кислоты (2) подается насосом (3)в экстракционные колонки (4), (5), (6), где осуществляется освобождение пектиновых веществ (далее ПВ) от ионов кальция (7), а экстракт (8)идет на дальнейшую переработку. Скорость потока растворов регулируется согласно параметрам колонок, т.е. в зависимости от их длины и диаметра так, чтобы время контакта выделенного продукта не превышало 10-30 минут. В промышленном процессе предпочтительно использовать проточные экстракторы, поскольку с их помощью удастся легко извлекать пектины по фракциям. Настоящее изобретение, кроме гибкости технологической линии, еще обладает рядом преимуществ перед существующим уровнем тех-

ники. Так, например, по сравнению с неразделенным пектиновым продуктом пектиновые фракции, выделяемые по настоящему изобретению, могут найти более эффективные области применения в зависимости от их молярной массы и полимерной структуры.

Сущность изобретения состоит в том, что сырье, в качестве которого используют измельченные стебли и корзинки подсолнечника, подвергают предварительной обработке 1 - 3М раствором хлорида натрия. Эта обработка облегчает последующее выделение пектина в мягких условиях гидролиза, одновременно увеличивая его выход и качество конечного продукта. В результате гидролиза-экстракции подготовленного материала разбавленным раствором соляной кислоты получают пектин с улучшенными характеристиками, а именно с повышенным содержанием галактуроновой кислоты. Кроме того, используемый проточный способ позволяет проводить обработку сырья и ее гидролиза в одной установке различными растворами при довольно коротком времени и экстрагировать ПВ по фракциям. Таким образом, создается гибкий технологический режим гидролиза по сравнению с прототипом, что позволяет наиболее полно извлечь пектин, обладающий повышенными показателями. Корзинки и стебли подсолнечника содержат значительное количество пектинов, что позволяет использовать их в качестве перспективного сырьевого источника для получения данного класса биологически активных веществ.

Изобретение осуществляется следующим образом. Высушенные в полевых условиях корзинки и стебли подсолнечника измельчают и обрабатывают солевым раствором, содержащим ионы натрия в статистических или динамических режимах для обмена ионов кальция, что способствует извлечению пектиновых веществ в достаточно мягких условиях гидролиза. Пектинсодержащее растительное сырье и воду загружают в непрерывные экстракторы в последовательно установленных колонках и устанавливают режим потока по воде. Затем подают раствор соли сверху экстракторов и пропитывают сырье этим раствором в самотечном режиме. Как и в любом другом противоточном массообменном процессе в данном случае содержание экстрактивных веществ, в том числе и кальция, в жидкой фазе нарастает, а в твердой фазе убывает в направлении их перемещения. Соотношение твердой и жидкой фаз задают в пределах от 1:15 до 1:25 в зависимости от размера измельчения сырья. Затем подключают воду и промывают до полного удаления хлорид-ионов. Обработанное таким образом сырье подвергают гидролиз-экстракции в динамическом режиме путем подключения кислого раствора в колонках сверху, а также в режиме автоклавирования при

помощи растворов соляной кислоты ($pH = 1.05 - 5.6$) в течение 5-60 минут при температуре 85-120°C и гидромодуле 1:20. Проводят нейтрализацию жидкой фазы до $pH = 3.5$. Затем раствор центрифугируют или подвергают тонкой фильтрации, а пектиновые вещества концентрируют на ультрафильтрационных мембранах и выделяют этанолом. Образовавшиеся гели промывают этанолом, высушивают при 45-60°C и измельчают.

Настоящее изобретение обладает целым рядом преимуществ перед существующим уровнем техники. Сочетание процесса предварительной обработки раствором хлорида натрия, и последующего гидролиза соляной кислотой также позволяет более эффективно отделить сопутствующие вещества в процессе дальнейшей фильтрации и получить более чистые пектиновые фракции. Ни в одной из известных публикаций, посвященных данной области техники, не описано предлагаемое в изобретении решение. В пектиновой промышленности все еще существует потребность в разработке упрощенного, экономичного, безопасного и более эффективного способа получения пектина.

Для предварительной обработки корзинок подсолнечника используют 1 - 3М раствор хлорида натрия. Использование большей концентрации соли экономически нецелесообразно. Снижение концентрации хлорида натрия не оказывает значительного влияния на оптимизацию параметров и выход целевого продукта. Наиболее предпочтительным является использование 2М раствора хлорида натрия.

Для проведения гидролиз-экстрагирования корзинок подсолнечника является предпочтительной область значений pH-среды раствора соляной кислоты от 1,2 до 2,0. Увеличение значений pH-среды более 2,0 приводит к снижению выхода и качества получаемого пектина. Использование растворов соляной кислоты с pH ниже 1,2 нецелесообразно, так как это требует больших количеств реагента и снижает качество целевого продукта. Наиболее предпочтительным является использование раствора соляной кислоты с $pH = 2.0$.

Таким образом, причинно-следственная связь между введенными новыми признаками и достигнутым положительным эффектом состоит в том, что при использовании в качестве сырья стеблей и корзинок подсолнечника, предварительно обработанных раствором хлорида натрия, с последующим проведением гидролиза-экстракции в указанных условиях достигается максимально высокое содержание галактуроновой кислоты и оптимальная степень этерификации экстрагируемого пектина.

Нижеследующие примеры иллюстрируют способ выделения пектиновых веществ из корзинок подсолнечника.

В таблице 1 приводятся результаты выходов и параметры пектиновых веществ, полученных по

7

290

заявляемому способу, а также для сравнения - по способам, приведенным в аналогах и прототипе.

Пример 1

Измельченные корзинки и стебли подсолнечника обрабатывают 1М раствором хлорида натрия, промывают водой и высушивают. Обработанное таким образом сырье подвергают гидролиз - экстракции в статическом режиме при помощи раствора соляной кислоты ($pH = 1,05$) в течение 60 минут, температуре 85 °С и гидромодуле 1:20. Отделяют твердую фазу и проводят нейтрализацию жидкой фазы до $pH = 3,5$. Затем, раствор осаждают трехкратным количеством этанола. Образовавшиеся гели промывают этанолом и высушивают при 35°С. Суммарный распад протопектина при этом составляет 33,1%. выход - 16,22%. содержание галактуроновой кислоты (ГК) - 65%, значение степени этерификации (СЭ) - 45,45%.

Пример 2.

Все операции проводят так же, как в примере 1, используя для предварительной обработки 2М раствор хлорида натрия. Гидролиз - экстракцию проводят при помощи раствора соляной кислоты со значением $pH = 1,05$. Суммарный распад протопектина при этом составляет 38,5%, выход - 20,5%. Содержание галактуроновой кислоты - 64,8%, значение степени этерификации - 39,05%.

Пример 3. Все операции проводят так же, как в примере 1, используя для предварительной обработки 3М раствор хлорида натрия. Гидролиз - экстракцию проводят при помощи раствора соляной кислоты со значением $pH = 1,05$. Суммарный распад протопектина при этом составляет 45,7%. выход - 20,8%. Содержание галактуроновой кислоты - 78,0%, значение степени этерификации - 59,52%.

Пример 4.

Предварительная обработка корзиночек подсолнечника 3М раствором хлорида натрия проводится в динамическом режиме. 20г измельченные корзинки подсолнечника помещают в колонку (4,5х30 см) с нагревательным элементом и подают сверху колонки 400мл раствора хлорида натрия со скоростью 2.0 мл/минут при комнатной температуре. Обработанное сырье промывают водой, и подвергают гидролиз - экстракции в динамическом режиме при температуре 85°С, сверху подают раствор соляной кислоты, pH которого равен 1,05, с со скоростью 3.0 мл/мин. Экстрагированный пектин собирают по фракциям, очищают диаультраfiltrацией, концентрируют и осаждают одной частью спирта.

Суммарный распад протопектина при этом составляет 57,3%. выход - 26,67%. Содержание

галактуроновой кислоты - 68,8%. значение степени этерификации - 47,06%.

8

Пример 5.

Предварительная обработка корзиночек подсолнечника 0,3М раствором этилендиамин-тетрауксусной кислоты (ЭДТА) проводится в динамическом режиме. 20г измельченные корзинки подсолнечника помещают в колонку (4,5х30 см) с нагревательным элементом и подают сверху колонки 400мл раствора хлорида натрия со скоростью 2.0 мл/минут при комнатной температуре. Обработанное сырье промывают водой, и подвергают гидролиз - экстракции в динамическом режиме при температуре 85°С, сверху подают раствор соляной кислоты, pH которого равен 2.0. с со скоростью 3.0 мл/мин. Экстрагированный пектин собирают по фракциям, очищают диаультраfiltrацией, концентрируют и осаждают одним частью спиртом.

Суммарный распад протопектина при этом составляет 57,3%, выход - 35,5%. Содержание галактуроновой кислоты - 69,6%, значение степени этерификации - 52,38%,

Пример 6.

Предварительная обработка корзиночек подсолнечника 0,3М раствором гексамета-фосфата натрия (ГМФН) проводится в динамическом режиме. 20г измельченные корзинки подсолнечника помещают в колонку (4,5х30 см) с нагревательным элементом и подают сверху колонки 400мл раствора хлорида натрия со скоростью 2.0 мл/минут при комнатной температуре. Обработанное сырье промывают водой, и подвергают гидролиз - экстракции в динамическом режиме при температуре 85°С, сверху подают раствор соляной кислоты, pH которого равен 2,0, с со скоростью 3.0 мл/мин. Экстрагированный пектин собирают по фракциям, очищают диаультраfiltrацией, концентрируют и осаждают одним частью спиртом.

Суммарный распад протопектина при этом составляет 44,4%, выход - 23,6%. Содержание галактуроновой кислоты - 69,0%, значение степени этерификации - 43,37%.

Пример 7.

Все операции проводят так же, как в примере 4, без предварительной обработки. Гидролиз - экстракцию проводят в динамическом режиме при помощи раствора соляной кислоты со значением $pH = 1,05$. Суммарный распад протопектина при этом составляет 56,5%, выход - 28,4%. Содержание галактуроновой кислоты - 68,2%, значение степени этерификации - 45,78%.

Пектины, полученные в соответствии с предлагаемыми параметрами способа (предварительная обработка сырья 1 - 3М раствором хлорида натрия, гидролиз-экстрагирование твердой фазы в статическом и динамическом режимах, а также в режиме автоклавирования раствором соляной кислоты (pH

= 1.05 - 5,6) при гидромодуле 1:20 и нагревании до 85 °С в течение 1 часа), обладают высокими значениями молекулярной массы, содержанием галактуроновой кислоты и оптимальной степенью этерификации. Причем полученные пектины имеют узкие распределения по молекулярной массе и

9

290

менее полидисперсные. Как следует из приведенных данных, задача изобретения решена, и полученные пектины обладают высокими значения-

ми выходов и оптимальными параметрами конечных продуктов. Таким образом, предлагаемый способ позволяет получать пектин с оптимальными параметрами по молекулярной массе, содержанию галактуроновой кислоты и степени этерификации, что делает возможным его

10

применение в различных областях пищевой и фармацевтической промышленности.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Способ получения пектина из растительного сырья, заключающийся в измельчении сырья, гидролиз-экстрагировании растительного материала, **отличающийся тем, что** перед гидролиз-экстрагированием проводят обработку растительного сырья раствором хлорида натрия в статическом или динамическом режиме в непрерывных

колончатых экстракторах для удаления ионов кальция и магния растворимыми солями натрия с последующим гидролиз-экстрагированием пектиновых веществ.

2. Способ по п. 1, **отличающийся тем, что** в качестве раствора для удаления ионов кальция и магния используют хелатные агенты.

Компьютерный набор: Назарова Дж.Д.

Заказ

Тираж

Подписное

Национальный патентно-информационный центр РТ
734042, г. Душанбе, ул. Айни, 14а.