



Республика Таджикистан

(19) **TJ** (11) **563**

(51) **МПК(2012) C11B**  
**1/00**

ГОСУДАРСТВЕННОЕ ПАТЕНТНОЕ  
ВЕДОМСТВО

# (12) **Описание изобретения**

## К МАЛОМУ ПАТЕНТУ

1

(21) 1100692  
(22) 29.12.2011  
(46) Бюл.86, 2013  
(71) Мухидинов З.К. (TJ).  
(72) Мухидинов З.К.(TJ); Тешаев Х.И. (TJ); Джон-муродов А.С. (TJ); Лиу Л.С.(US) (TJ).  
(73) Мухидинов З.К. (TJ).  
(54) **ФЛЭШ СПОСОБ ПРОИЗВОДСТВА ПЕКТИНА ИЗ РАСТИТЕЛЬНОГО СЫРЬЯ.**  
(56) 1. Патент РФ № 2265612  
2.Патент США № 6143337  
(57) Изобретение относится к области химии и может быть применено для производства желирующего агента в пищевой промышленности и при

2

производстве продуктов профилактического и лечебного назначения.

Способ включает измельчение сырья, быстрое гидролиз-экстрагирование твердой фазы и отделение жидкой фазы и выделение пектина из раствора гидролизата. Гидролиз-экстрагирование пектиновых полисахаридов проводят флэш-экстракцией в автоклаве под давлением при температуре 110-120°C в течение 3 - 10 минут. Полученный раствор гидролизата очищают от микрочастиц сепарированием. Очистку и концентрирование проводят на диа-ультрафильтрационной установке при комнатной температуре.

Изобретение относится к области химии и может быть применено для производства желирующего агента в пищевой промышленности и при производстве продуктов профилактического и лечебного назначения.

Известен способ производства пектина [1], предусматривающий смешивание пектинсодержащего сырья с водой, обработку смеси в роторно-кавитационном экстракторе, разделение фаз и выделение пектина из жидкой фазы. Способ предусматривает обработку смеси в ступенчатом роторно-кавитационном экстракторе при постоянных параметрах гидро модуля и индекса кавитации, в зависимости от которых изменяется выход пектиновых веществ и их концентрация в жидкой фазе. Авторами выявлено, что максимальный выход пектина из сырья, приблизительно соответствующий равновесной концентрации в жидкой и твердой фазах, достигается при гидро модуле от 1:7 до 1:11 для различных видов сырья. Однако это обуславливает низкую концентрацию пектина в жидкой фазе, сложность аппаратуры и высокие энергозатраты на его выделение любыми известными методами.

Наиболее близким к способу, описанному в изобретении, является ускоренный способ получения пектина, заключающийся в том, что смесь пектинсодержащего растительного материала с кислым раствором в соотношении 1:25 (г/мл) подвергают гидролизу в закрытом сосуде под действием микроволнового излучения (частотой 2450 МГц и энергией 630 Вт) при температуре 80-125°C в течение 2-3 мин и последующим охлаждением, фильтрованием растительного сырья для отделения пектинового экстракта 70% изопропиловым спиртом (в соотношении 1:5) и дальнейшей 3-кратной промывкой 70% тем же спиртом и 3-кратным 100% спиртом, отжимом и высушиванием [2].

Недостатком этого способа является то, что под воздействием микроволнового (СВЧ) излучения могут деградировать компоненты клеточных стенок растений с образованием облученных и токсических веществ, что приводит к ухудшению качества пектиновых полисахаридов, а использование большого количества спирта отрицательно влияет на экологию производства и повышает стоимость продукта.

Целями изобретения являются замена микроволновой энергии на более экологичную энергию, также позволяющую уменьшить время контакта с кислыми растворами в процессе гидролиза, снижение кислотности среды, увеличение выхода и включение в производство мембранных методов вместо спирта для улучшения качества и себестоимости конечного продукта.

Поставленные цели решаются включением в процесс гидролиз-экстракции растительного сырья

флэш-экстракции (быстрой экстракции) под давлением пара, диа-ультрафильтрации на стадии очистки и концентрирование гидролизата. Гидролиз-экстракцию проводят в слабокислом растворе ( $\text{pH} = 2.0 - 3.5$ ), гидро модуле 1:20, температуре 110-120°C в течение довольно короткого времени - 3-10 минут. Полученный раствор гидролизата очищается от микрогелей сепарированием, а от других балластных веществ с помощью диа-ультрафильтрации (ДУФ) с последующим его концентрированием.

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 или кислоты (1) подается насосом (2) в флэш-экстрактор (3) и (4), где осуществляется освобождение пектиновых полисахаридов (далее - ПП), раствор пектинового гидролизата отделяется от остатка растительного сырья на установке грубой фильтрации (5), затем отделяется в сепараторе от микрогеля (6). Полученный экстракт подают в емкости (7), подключенные к мембранным аппаратам (8) в серии для ДУФ очистки в разбавленном растворе при  $\text{pH}$  от 3,0 до 6,0, из которых выделяют вещества с молекулярным весом 100 -500 тыс. Дальтон. Концентрированный таким образом пектиновый экстракт с концентрацией 1-5% сушат на распылительной сушилке (9).

Настоящее изобретение, кроме гибкости технологической линии, позволяющей перерабатывать любые виды пектинсодержащего растительного сырья, обладает еще и рядом преимуществ перед существующим уровнем техники по простоте и экологичности производства.

Сущность изобретения состоит в том, что пектинсодержащее сырье, в качестве которого используют любые виды фруктовых выжимок и измельченные стебли и корзинки подсолнечника, подвергается гидролиз-экстракции разбавленным раствором кислоты при гидро модуле 1:20 при давлении 1.5-2.0 атмосферы и температуре 110-120°C в течение довольно короткого времени - 3-10 минут, затем полученный раствор гидролизата очищают от микрогелей и других балластных веществ, концентрируют на ДУФ установке при комнатной температуре. Таким образом, создается гибкий и безопасный технологический режим гидролиза по сравнению с прототипом, что позволяет наиболее полно извлечь пектин (гомо- и галактуроновые участки ПП), очистить его от балластных примесей и получить концентрат, обладающий повышенными показателями. Основными показателями, определяющими качество пектина, являются содержание звеньев галактуроновой кислоты (ГК, %), степень их этерификации метанолом (СЭ, %), средневесовая молекулярная масса ( $M_w$ ) и их полидисперсность ( $n = M_w/M_n$ ).

Изобретение осуществляется следующим образом: пектинсодержащее растительное сырье смешивают с кислым раствором ( $\text{pH} = 1.8 - 3.5$ ) загружают в автоклав и устанавливают режим пара в парогенераторе до 3 атм. Соотношение твердой и жидкой фаз в автоклаве задают в пределах от 1:15 до 1:25 в зависимости от вида и степени набухания сырья. Затем открывают пар в автоклав и подвергают растительный материал гидролиз-экстракции при температуре 110-120°C. Проводят нейтрализацию жидкой фазы до  $\text{pH} = 3.5$ . Затем раствор центрифугируют или подвергают тонкой фильтрации, а ПП очищают от сопутствующих веществ с помощью ДУФ и концентрируют на тех же ультрафильтрационных мембранах, и сушат распылением при 45-60°C.

Настоящее изобретение обладает целым рядом преимуществ перед существующим уровнем техники. Сочетание процесса гидролиза под давлением пара за короткий промежуток времени и последующая очистка раствора гидролизата от микрогели центрифугированием, а от балластных веществ ДУФ на мембранных аппаратах, позволяет более эффективно отделить сопутствующие вещества и получить более чистый продукт. Одновременное концентрирование пектина, без применения вакуумвыпарных аппаратов, на тех же мембранных аппаратах позволяет сократить энергоемкую стадию выпаривания под вакуумом. Ни в одной из известных публикаций, посвященных данной области техники, не описано ни одно из предлагаемых в изобретении инновационных решений. В пектиновой промышленности все еще существует потребность в разработке упрощенного, экономичного, безопасного и более эффективного способа получения пектина.

Для проведения гидролиз - экстрагирования ПП из растительного сырья по данному способу предпочтительной является область значений  $\text{pH}$ -среды раствора от 1.8 до 3.5. Увеличение значений  $\text{pH}$ -среды более 2.0 приводит к снижению выхода и качества получаемого пектина. Использование растворов кислоты с  $\text{pH}$  ниже 1.8 нецелесообразно, так как это требует больших количеств кислоты и снижает качество целевого продукта. Наиболее предпочтительным является использование раствора кислоты с  $\text{pH} = 2.0$ . Оптимальная температура гидролиза подбирается в пределах температур 110-120 °C, а продолжительность гидролиза оптимизируют при 3 - 10 минутах в зависимости от вида растительного сырья и степени зрелости фруктов.

Таким образом, причинно-следственная связь между введенными новыми признаками и достигнутым положительным эффектом состоит в том, что при гидролиза-экстракции растительного материала в условиях автоклавирования параметры процесса подбираются в зависимости от вида сырья, степени зрелости и его состояния с последу-

ющим проведением процесса очистки и концентрирования пектинового гидролизата на мембранных установках, где достигается максимально высокое содержание ГК,  $M_w$  и галактурановой кислоты, коэффициента полидисперсности пектиновых образцов и оптимальная СЭ.

Нижеследующие примеры иллюстрируют способ выделения пектиновых полисахаридов из двух сортов яблок и корзинки подсолнечника (КП) по данному способу.

#### Пример 1.

Предварительно вымытые водой свежие или сухие выжимки подвергают гидролиз-экстракции в режиме автоклавирования. Набухшие выжимки помещают в автоклав, заливают раствор соляной кислоты с  $\text{pH} = 2.0$ , в соотношении сырье : кислота 1 : 20 и проводят гидролиз - экстракцию при температуре 100°C, давлении 1.5 атм. в течение 3 минут. Затем, отделяют экстракт, центрифугируют, очищают с помощью ДУФ, концентрируют, сушат распылением или осаждают одной частью 96% спирта.

Выход чистого пектина после удаления балластных веществ ДУФ при этом составляет - 12,5%, микрогеля - 8.9%. Содержание галактурановой кислоты - 61.8%, значение степени этерификации - 80,2%, молекулярная масса пектина - 650 000 Дальтон и коэффициент полидисперсности - 24.0.

#### Пример 2.

Все операции проводят так же, как в примере 1, но гидролиз-экстракцию проводят в течение 5 минут. Выход чистого пектина после удаления балластных веществ ДУФ при этом составляет - 13,2%, микрогеля - 4.5%. Содержание галактурановой кислоты - 68.2%, значение степени этерификации - 81,4%, молекулярная масса пектина - 380 000 Дальтон и коэффициент полидисперсности - 9.0.

#### Пример 3.

Все операции проводят так же, как в примере 1, но гидролиз-экстракцию проводят в течение 7 минут. Выход чистого пектина после удаления балластных веществ ДУФ при этом составляет - 12,5%, микрогеля - 8.9%. Содержание галактурановой кислоты - 61.8%, значение степени этерификации - 80,2%, молекулярная масса пектина - 650 000 Дальтон и коэффициент полидисперсности - 24.0.

#### Пример 4.

Все операции проводят так же, как в примере 1, но гидролиз-экстракцию проводят в течение 10 минут. Выход чистого пектина после удаления балластных веществ ДУФ при этом составляет - 15,6%, микрогеля - 1.6%. Содержание галактурановой кислоты - 59.7%, значение степени этерификации - 79,3%, молекулярная масса пектина - 230 000 Дальтон и коэффициент полидисперсности - 4.5.

#### Пример 5.

Предварительно вымытые водой свежие или сухие выжимки подвергают гидролиз-экстракции в режиме автоклавирования. Набухшие выжимки помещают в автоклав, заливают раствор соляной кислоты с  $\text{pH} = 2.0$ , в соотношении сырье: кислота 1 : 20 и проводят гидролиз - экстракцию при температуре  $120^{\circ}\text{C}$ , давлении 1.5 атм. в течение 3 минут. Затем, отделяют экстракт, центрифугируют, очищают с помощью ДУФ, концентрируют, сушат распылением или осаждают одной частью 96% спирта.

Выход чистого пектина после удаления балластных веществ ДУФ при этом составляет - 13,3%, микрогеля -5.3%. Содержание галактуроновой кислоты - 63.4%, значение степени этерификации - 76,2%, молекулярная масса пектина - 550 000 Дальтон и его коэффициент полидисперсности -28.0.

#### Пример 6.

Все операции проводят так же, как в примере 5, но гидролиз-экстракцию проводят в течение 5 минут. Выход чистого пектина после удаления балластных веществ ДУФ при этом составляет - 14,2%, микрогеля -3.4%. Содержание галактуроновой кислоты - 66.3%, значение степени этерификации - 71,0%, молекулярная масса пектина - 310 000 Дальтон и коэффициент полидисперсности -12.0.

#### Пример 7.

Все операции проводят так же, как в примере 5, но гидролиз-экстракцию проводят в течение 7 минут. Выход чистого пектина после удаления балластных веществ ДУФ при этом составляет - 15,6%, микрогеля -1.5%. Содержание галактуроновой кислоты - 68.8%, значение степени этерификации - 68,0%, молекулярная масса пектина - 170 000 Дальтон и коэффициент полидисперсности -8.0.

#### Пример 8.

Все операции проводят так же, как в примере 5, но гидролиз-экстракцию проводят в течение 10 минут. Выход чистого пектина после удаления балластных веществ ДУФ при этом составляет - 18,4%, микрогеля -1.3%. Содержание галактуроновой кислоты - 62.6%, значение степени этерификации - 65,7%, молекулярная масса пектина - 135 000 Дальтон и коэффициент полидисперсности -3.6.

#### Пример 9.

Предварительно вымытые водой свежие или сухие выжимки подвергают гидролиз-экстракции в режиме автоклавирования. Набухшие выжимки помещают в автоклав, заливают раствор соляной кислоты с  $\text{pH} = 2.0$ , в соотношении сырье: кислота 1 : 20 и проводят гидролиз - экстракцию при температуре  $130^{\circ}\text{C}$ , давлении 1.7 атм. в течение 3 минут. Затем, отделяют экстракт, центрифугируют,

очищают с помощью ДУФ, концентрируют, сушат распылением или осаждают одним частью 96% спиртом.

Выход чистого пектина после удаления балластных веществ ДУФ при этом составляет - 13,8%, микрогеля -1.9%. Содержание галактуроновой кислоты - 70.2%, значение степени этерификации - 70,4%, молекулярная масса пектина - 350000 Дальтон и его коэффициент полидисперсности -15.0.

#### Пример 10.

Все операции проводят так же, как в примере 9, но гидролиз-экстракцию проводят в течение 5 минут. Выход чистого пектина после удаления балластных веществ ДУФ при этом составляет - 15,0%, микрогеля -1.2%. Содержание галактуроновой кислоты - 72.0%, значение степени этерификации - 69,2%, молекулярная масса пектина - 120 000 Дальтон и коэффициент полидисперсности -7.3.

#### Пример 11.

Все операции проводят так же, как в примере 9, но гидролиз-экстракцию проводят в течение 7 минут. Выход чистого пектина после удаления балластных веществ ДУФ при этом составляет - 13,3%, микрогеля -1.1%. Содержание галактуроновой кислоты - 78.9%, значение степени этерификации - 61,4%, молекулярная масса пектина - 90000 Дальтон и коэффициент полидисперсности - 4.5.

#### Пример 12.

Все операции проводят так же, как в примере 9, но гидролиз-экстракцию проводят в течение 10 минут. Выход чистого пектина после удаления балластных веществ ДУФ при этом составляет - 11,6%, микрогеля - 1.0%. Содержание галактуроновой кислоты - 72.3%, значение степени этерификации - 50,6%, молекулярная масса пектина - 69 000 Дальтон и коэффициент полидисперсности -3.7.

#### Пример 13.

Предварительно вымытые водой свежие или сухие выжимки подвергают гидролиз-экстракции в режиме автоклавирования. Набухшие выжимки помещают в автоклав, заливают раствор соляной кислоты с  $\text{pH} = 2.0$ , в соотношении сырье: кислота 1 : 20 и проводят гидролиз - экстракцию при температуре  $120^{\circ}\text{C}$ , давлении 1.5 атм. в течение 3 минут. Затем, отделяют экстракт, центрифугируют, очищают с помощью ДУФ, концентрируют, сушат распылением или осаждают одной частью 96% спирта.

Выход чистого пектина после удаления балластных веществ ДУФ при этом составляет - 15,5%, микрогеля -3.4%. Содержание галактуроновой кислоты - 68.2%, значение степени этерификации - 54,3%, молекулярная масса пектина - 560 000 Дальтон и его коэффициент полидисперсности -11.5.

Пример 14.

Все операции проводят так же, как в примере 13, но гидролиз-экстракцию проводят в течение 5 минут. Выход чистого пектина после удаления балластных веществ ДУФ при этом составляет-18,7%, микрогеля -2.6%. Содержание галактуроновой кислоты – 70.4%, значение степени этерификации – 52,2%, молекулярная масса пектина - 370 000 Дальтон и коэффициент полидисперсности -8.0.

Пример 15.

Все операции проводят так же, как в примере 13, но гидролиз-экстракцию проводят в течение 7 минут. Выход чистого пектина после удаления балластных веществ ДУФ при этом составляет-21,2%, микрогеля -1.0%. Содержание галактуроновой кислоты – 72.0%, значение степени этерификации – 50,5%, молекулярная масса пектина - 265 000 Дальтон и коэффициент полидисперсности -7.3.

Пример 16.

Все операции проводят так же, как в примере 13, но гидролиз-экстракцию проводят в течение 10 минут. Выход чистого пектина после удаления балластных веществ ДУФ при этом составляет-18,9%, микрогеля -0.8%. Содержание галактуроновой кислоты – 74.3%, значение степени этерификации – 50,0%, молекулярная масса пектина - 190 000 Дальтон и коэффициент полидисперсности -6.7.

Пример 17.

Предварительно вымытые водой и солью сухие измельченные корзинки подсолнечника подвергают гидролиз-экстракции в режиме автоклавирования. Набухшие выжимки помещают в автоклав, заливают раствор соляной кислоты с pH = 2.0, в соотношении сырье : кислота 1 : 20 и проводят гидролиз - экстракцию при температуре 120<sup>0</sup>C, давлении 1.5 атм. в течение 3 минут. Затем, отделяют экстракт, центрифугируют, очищают с помощью ДУФ, концентрируют, сушат распылением или осаждают одной частью 96% спирта.

Выход чистого пектина после удаления балластных веществ ДУФ при этом составляет-12,1%, микрогеля -13.0%. Содержание галактуроновой кислоты – 70.2%, значение степени этерификации – 48,8%, молекулярная масса пектина - 5195 000 Дальтон и его коэффициент полидисперсности -70.0.

Пример 18.

Все операции проводят так же, как в примере 17, но гидролиз-экстракцию проводят в течение 5 минут. Выход чистого пектина после удаления балластных веществ ДУФ при этом составляет-

14,4%, микрогеля -8.2%. Содержание галактуроновой кислоты – 74.7%, значение степени этерификации – 47,6%, молекулярная масса пектина - 1245 000 Дальтон и коэффициент полидисперсности -10.5.

Пример 19.

Все операции проводят так же, как в примере 17, но гидролиз-экстракцию проводят в течение 7 минут. Выход чистого пектина после удаления балластных веществ ДУФ при этом составляет-18,6%, микрогеля -5.8%. Содержание галактуроновой кислоты – 76.1%, значение степени этерификации – 47.1%, молекулярная масса пектина - 720 000 Дальтон и коэффициент полидисперсности -4.0.

Пример 20.

Все операции проводят так же, как в примере 17, но гидролиз-экстракцию проводят в течение 10 минут. Выход чистого пектина после удаления балластных веществ ДУФ при этом составляет – 16,2%, микрогеля - 3.4. Содержание галактуроновой кислоты – 66.3%, значение степени этерификации – 71,0%, молекулярная масса пектина - 175000 Дальтон и коэффициент полидисперсности - 2.5.

В Таблице 1 приведены данные основных параметров пектинов, полученных по заявленному способу, в сравнении со свойствами аналога и прототипа. Из нее видно, насколько эффективнее применение заявленного способа – выход продукта увеличивается в десятки раз.

Кроме того, пектины, полученные в соответствии с параметрами предлагаемого способа: гидролиз-экстрагирование твердой фазы в режиме автоклавирования кислым раствором (pH = 1.8 – 3.5) при гидромодуле 1:20 и нагревании до 100-120<sup>0</sup>C в течение 3-10мин, обладают высокими значениями молекулярной массы, содержания галактуроновой кислоты и оптимальной степенью этерификации. Причем полученные пектины имеют узкие распределения по молекулярной массе (низкие коэффициенты полидисперсные) и менее агрегированы (содержат меньше микрогеля). Как следует из приведенных данных, задача изобретения решена, и полученные пектины обладают высокими значениями выходов и оптимальными параметрами конечных продуктов. Таким образом, предлагаемый способ позволяет получать пектин с оптимальными параметрами по молекулярной массе, по содержанию галактуроновой кислоты и степени этерификации, что делает возможным его применение в различных областях пищевой и фармацевтической промышленности.

**ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ**

Способ выделения пектина из растительного сырья, включающий измельчение сырья, быстрое гидролиз-экстрагирование твердой фазы, отделение жидкой фазы и выделение пектина из раствора гидролизата, **отличающийся тем, что** гидролиз-экстрагирование пектиновых полисахаридов проводят флэш-экстракцией в автоклаве

под давлением при температуре 110-120°C в течение 3-10 минут, полученный раствор гидролизата очищают от микрогелей сепарированием, очистку и концентрирование проводят на диаультраfiltrационной установке при комнатной температуре.

Компьютерный набор: Фатхуллова М.С.

---

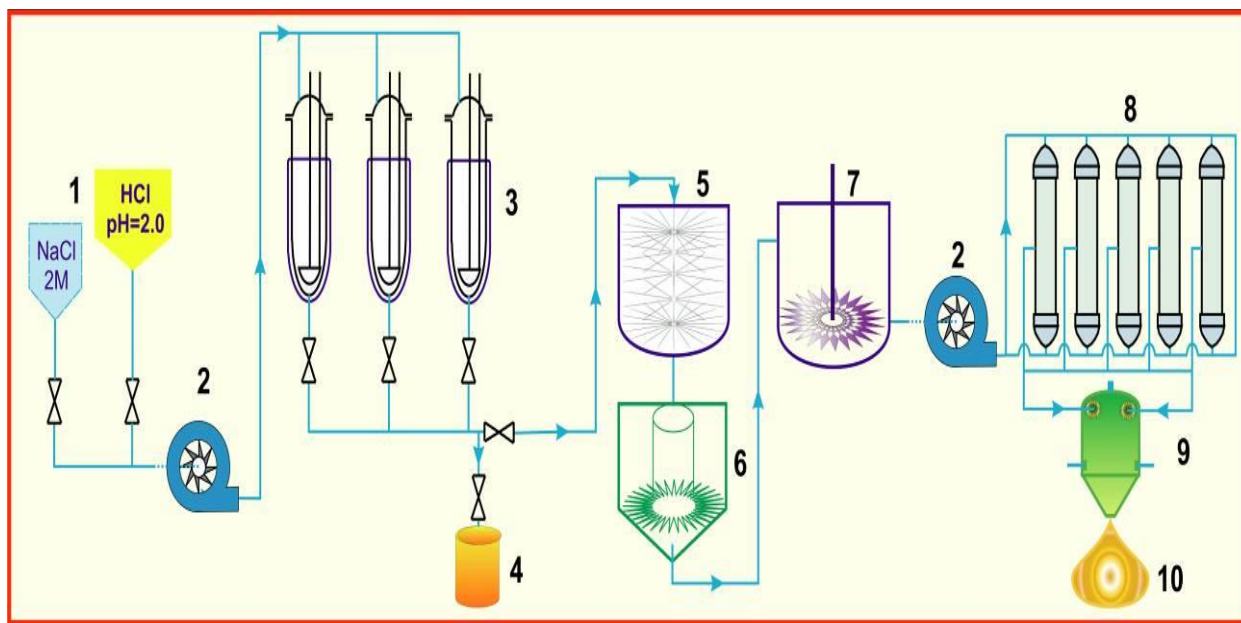
Заказ

Тираж

Подписное

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

## Флэш способ производства пектина из растительного сырья



Фиг. 1

Технологическая линия для получения пектина из растительного сырья