

ТЕХНОЛОГИЯ ПОЛУЧЕНИЯ ЭКСТРАКТОВ ИЗ ДИКОРАСТУЩЕГО РАСТИТЕЛЬНОГО СЫРЬЯ, ШИРОКО ПРИМЕНЯЕМОГО В ПИЩЕВОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ И ФИТОТЕРАПИИ

В целях повышения эффективности экстрагирования биологически активных веществ (БАВ) и увеличения движущей силы этого процесса авторы приводят усовершенствованную технологию получения экстрактов из дикорастущего растительного сырья, широко применяемого в пищевой промышленности и фитотерапии.

Ключевые слова: экстрагирование, биологически активные вещества (БАВ), полифенольные соединения, фитотерапия.

E.A.Strupan, V.S.Kolodjaznaja, O.A.Strupan

TECHNOLOGY OF EXTRACTS RECEPTION FROM WILD-GROWING VEGETATIVE RAW MATERIALS WIDELY APPLIED IN THE FOOD-PROCESSING INDUSTRY AND HERBAL THERAPY.

The authors of the article present the improved technology of extracts reception from wild-growing vegetative raw materials widely applied in the food-processing industry and herbal therapy in order to increase the efficiency of biologically active substances (BAS) extraction and to expand the motive power of this process.

Key words: extraction, biologically active substances (BAS), polyphenol compounds, herbal therapy.

Для получения экстрактов использовали свежее и высушенное на ИК-установке сырье. В качестве растворителей выбраны: вода, водно-этанольная смесь, позволяющие экстрагироватьmono-, ди- и полимерные фенольные соединения, углеводы, органические кислоты, их соли и витамины. Основным процессом, применяемым при приготовлении экстрактов из дикорастущего сырья, является экстрагирование биологически активных веществ, содержащихся в нем. Этот процесс применительно к растительному материалу имеет специфические особенности, связанные прежде всего с предварительными технологическими операциями (подготовка сырья, измельчение, сушка, хранение и др.) и со стабильностью БАВ, которые могут осложнять регуляцию и оптимизацию технологических параметров экстрагирования. В определенной мере предварительная обработка, особенно сушка, может изменить некоторые свойства растительного сырья, включая и его химический состав; возможны процессы гидролиза и ферментации, которые чаще всего приводят к уменьшению первоначального биологического эффекта. Несмотря на это, получение экстрактов из растительного сырья широко применяется в пищевой промышленности и фитотерапии. В технологии экстрактов важное значение имеет скорость экстрагирования, определяемая движущей силой процесса (разница концентраций экстрагируемого вещества в жидкости, заполняющей поры сырья, и в основной массе растворителя, находящегося в контакте с поверхностью твердых частиц) и диффузионным сопротивлением на каждой стадии. Одним из факторов, ускоряющих экстрагирование, является измельчение сырья, так как при этом увеличивается поверхность раздела фаз (уменьшается внутреннее диффузионное сопротивление). Однако следует иметь в виду, что слой мелких частиц может стать наиболее плотным, что ухудшит контакт частиц с окружающей жидкостью. Это может привести к неравномерности процесса в отдельных зонах слоя частиц и ухудшить массообмен от частиц к жидкости, т.е. замедлить другую стадию процесса. Общая скорость при мелком дроблении сырья может уменьшиться. Кроме того, мелкие частицы затрудняют отделение жидкости от твердых частиц и требуют значительных энергетических затрат, что соответствующим образом влияет на эффективность процесса экстрагирования. Наряду с размером частиц сырья на скорость экстрагирования и полноту извлечения БАВ существенное влияние оказывает соотношение q расхода масс экстрагента M_3 и сырья M_c (гидромодуль).

$$q = \frac{M_3}{M_c}.$$

Чем больше масса экстрагента к массе сырья, тем в меньшей мере повышается его концентрация при извлечении одного и того же количества экстрагируемого вещества. В связи с этим движущая сила на про-

тяжении процесса будет большей, и степень извлечения БАВ увеличивается. Однако при этом уменьшается концентрация полученного экстракта, что нежелательно, так как затрудняет и удороожает выделение БАВ в чистом или концентрированном виде. Кроме того, увеличение соотношения q при одной и той же производительности аппарата по сырью потребует увеличения размеров аппарата, ухудшатся гидродинамические условия экстрагирования, уменьшится коэффициент массоотдачи, скорость экстрагирования и степень извлечения БАВ. Следует иметь в виду, что в процессе экстрагирования соотношение расхода фаз и физические свойства взаимодействующих фаз могут изменяться, особенно для высушенного сырья, набухающего в процессе экстрагирования. При экстрагировании БАВ из дикорастущего сырья важное значение имеет также выбор температуры, основанный на некоторых закономерностях, связанных с массообменными процессами, химическим составом и структурой дикорастущего сырья, физико-химическими свойствами растений и БАВ, подлежащих экстрагированию. В современной практике экстракцию лекарственных или биологически активных веществ из растительного сырья проводят при умеренных температурах ($20 \pm 5^\circ\text{C}$) или повышенных ($40\ldots100^\circ\text{C}$). Механизм экстрагирования БАВ из дикорастущего сырья включает следующие основные стадии: проникновение экстракта в поры дикорастущего сырья; растворение БАВ в экстракте; перенос экстрагируемого вещества из глубины твердой частицы к поверхности раздела фаз; для свежего сырья – с помощью молекулярной диффузии; для высушенного сырья – с помощью массопроводности, так как механизм осложняется набуханием; перенос БАВ от поверхности раздела фаз в глубь экстракта с помощью конвективной диффузии (массоотдача).

Важной особенностью экстрагирования БАВ из свежего и высушенного дикорастущего сырья является то, что физические свойства его в значительной мере изменяются, и это оказывает существенное влияние на все стадии данного процесса. Перенос экстрагирующих веществ вследствие неоднородности поля концентраций (массообмен) может осуществляться двумя способами: молекулярной и конвективной диффузией. Два кинетических коэффициента – молекулярный коэффициент диффузии D , $\text{м}^2/\text{с}$, и коэффициент массоотдачи β характеризуют две различные стороны процесса экстрагирования. Коэффициент D отражает только диффузионные свойства материала твердых частиц, зависящие исключительно от температуры и концентрации. Значения D при одних и тех же температурах и концентрации будут одинаковы, независимо от того, где происходит процесс. Значения β зависят от размера частиц и конструктивных особенностей аппарата, которые обеспечивают соответствующую гидродинамическую обстановку при проведении процесса экстрагирования. На величину β влияет режим движения жидкости, физические, в том числе и диффузионные свойства жидкости, формы и размеры твердых частиц, а также конструктивные особенности аппарата, в котором протекает экстрагирование. Таким образом, эффективность БАВ из дикорастущего сырья зависит от многих факторов, важнейшими из которых являются температура, степень измельчения сырья, выбор экстрагента, соотношение сырья и растворителя (гидромодуль) и продолжительность экстрагирования. В связи с изложенным, при обосновании технологических параметров экстрагирования БАВ, использовали метод планирования многофакторного эксперимента. В качестве функции отклика выбран выход фенольных соединений (y), выраженный в процентах по отношению к начальному содержанию их в сырье; в качестве варьируемых факторов: температура t (x_1), концентрация этилового спирта (x_2), продолжительность экстрагирования (x_3), кодированные переменные X_1, X_2, X_3 соответственно. Основные уровни и шаги варьирования факторов приведены в таблице 1

Таблица 1
Значения уровней факторов и шагов варьирования

Фактор	Основной уровень x_{0i}^*		Шаг варьирования Δx_i
	1	2	
$x_1, {}^\circ\text{C}$	50	40	10,0
$x_2, \%$	65	65	5,0
$x_3, \text{ч}$	3	3	1,0

*1 – температура при экстрагировании фенольных соединений из корней; 2 – температура при экстрагировании фенольных соединений из надземной части ТО.

Предварительно проводили опыты по экстрагированию БАВ при постоянных значениях влияющих факторов X_1, X_2, X_3 на основном уровне (табл. 2), варьировали значения гидромодуля, принимали $q = 1:2; 1:3$ и $1:5$ – для свежего сырья; $q = 1:3; 1:5$ и $1:7$ – для высушенного сырья. Для повышения эффективности экстрагиро-

вания БАВ и увеличения движущей силы этого процесса проводилась предварительная подготовка сырья, включающая измельчение корней в форме стружки толщиной 2–3 мм, длиной 40–60 мм, соцветий и листьев – до размера частиц 3–5 мм – и тепловую обработку корней. Бланшировали измельченные корни при температуре 60–65°C в течение 3 мин. При этом происходит, как известно, инактивация ферментов, денатурация белков протоплазмы, вследствие чего уменьшается диффузационное сопротивление моно- и полимолекулярных мембран и цитоплазмы, что способствует увеличению извлечения фенольных соединений из растительной ткани. Измельченные и бланшированные корни и нарезанную надземную часть сырья заливали раствором этилового спирта в экстракторе. Подготовленное сырье экстрагировали в лабораторном экстракторе непрерывного действия в противотоке. На рисунках 1–4 приведены концентрационные кривые противоточного процесса экстрагирования фенольных соединений из исследуемого дикорастущего сырья. Эффективность экстрагирования определяли по изменению содержания суммы фенольных соединений в сырье.

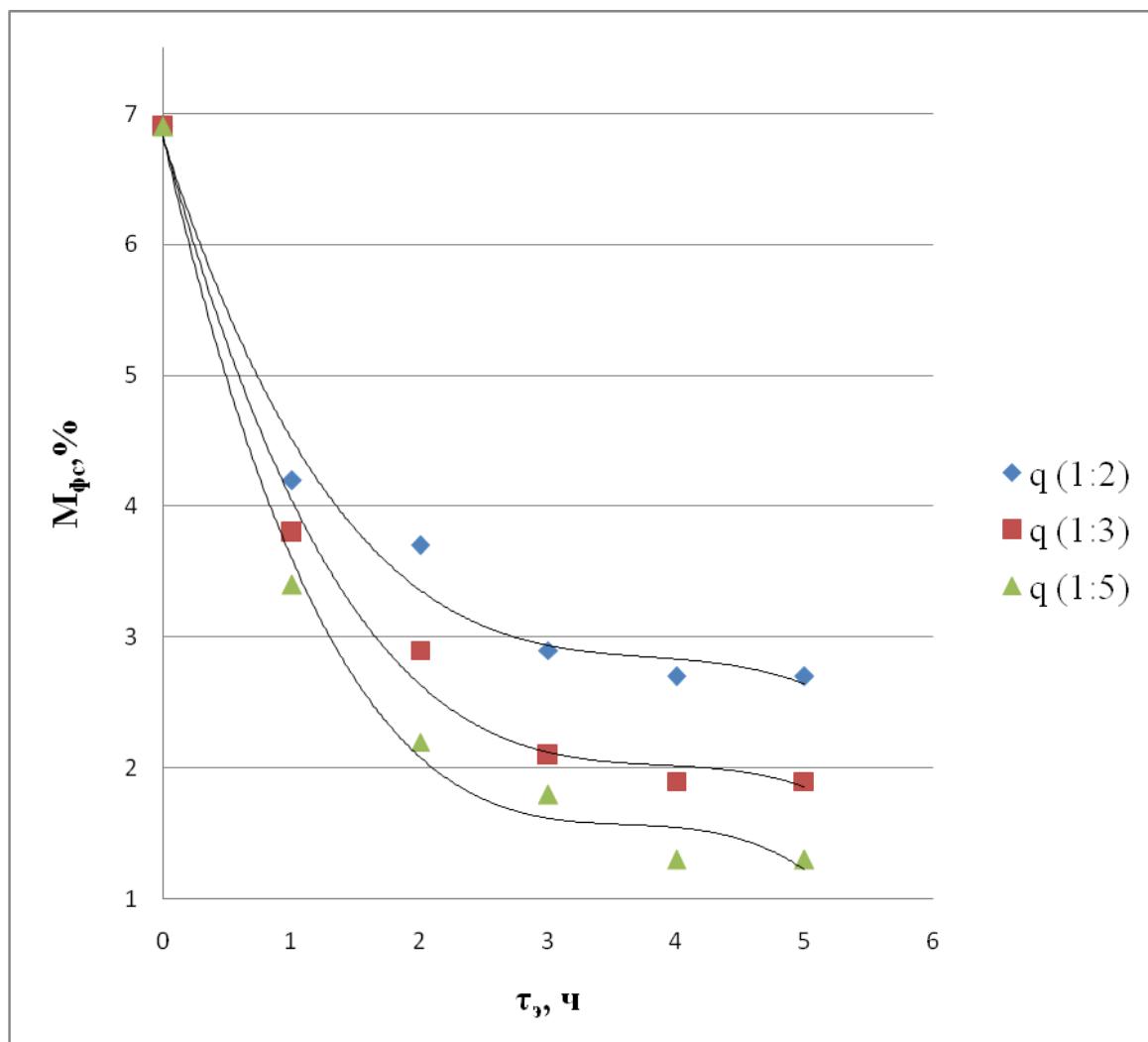


Рис. 1. Концентрационные кривые противоточного процесса экстрагирования фенольных соединений из корней ЛБ

Получены следующие уравнения регрессии:

$$q (1:2) y = -0,07x^3 + 0,77x^2 - 2,98x + 6,81 R^2 = 0,981;$$

$$q (1:3) y = -0,08x^3 + 0,92x^2 - 3,61x + 6,82 R^2 = 0,991;$$

$$q (1:5) y = -0,11x^3 + 1,17x^2 - 4,29x + 6,83 R^2 = 0,993.$$

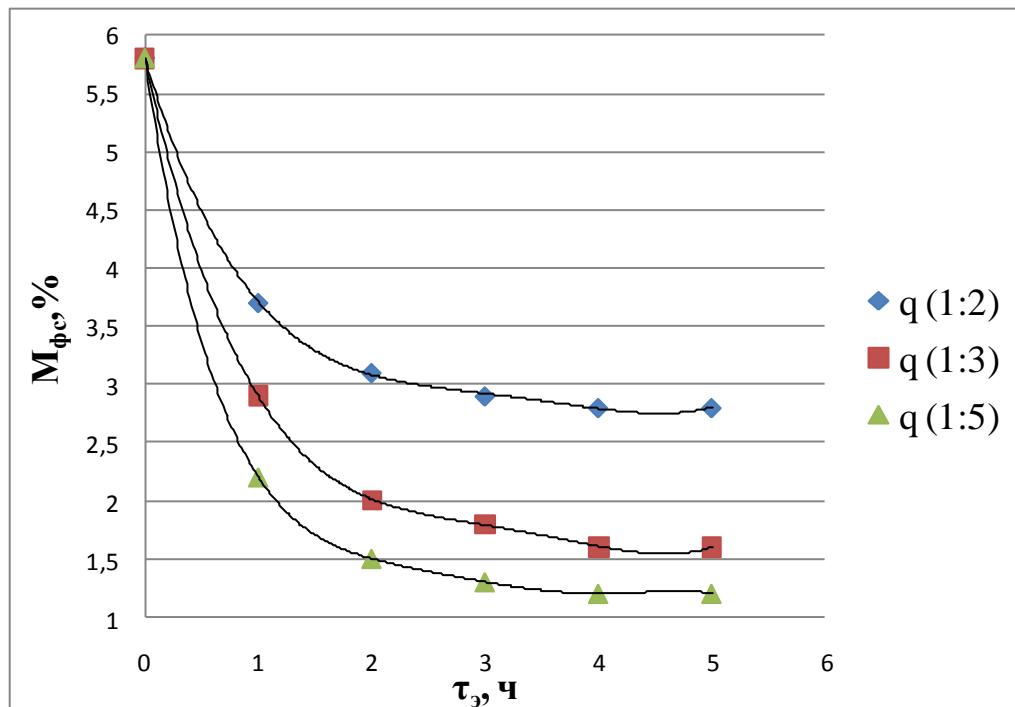


Рис. 2. Концентрационные кривые противоточного процесса экстрагирования фенольных соединений из корней ОП

Получены следующие уравнения регрессии:

$$q (1:2) y = -0,07x^3 + 0,77x^2 - 2,63x + 5,76 \quad R^2 = 0,993;$$

$$q (1:3) y = -0,10x^3 + 1,08x^2 - 3,67x + 5,75 \quad R^2 = 0,993;$$

$$q (1:5) y = -0,14x^3 + 1,42x^2 - 4,49x + 5,71 \quad R^2 = 0,986.$$

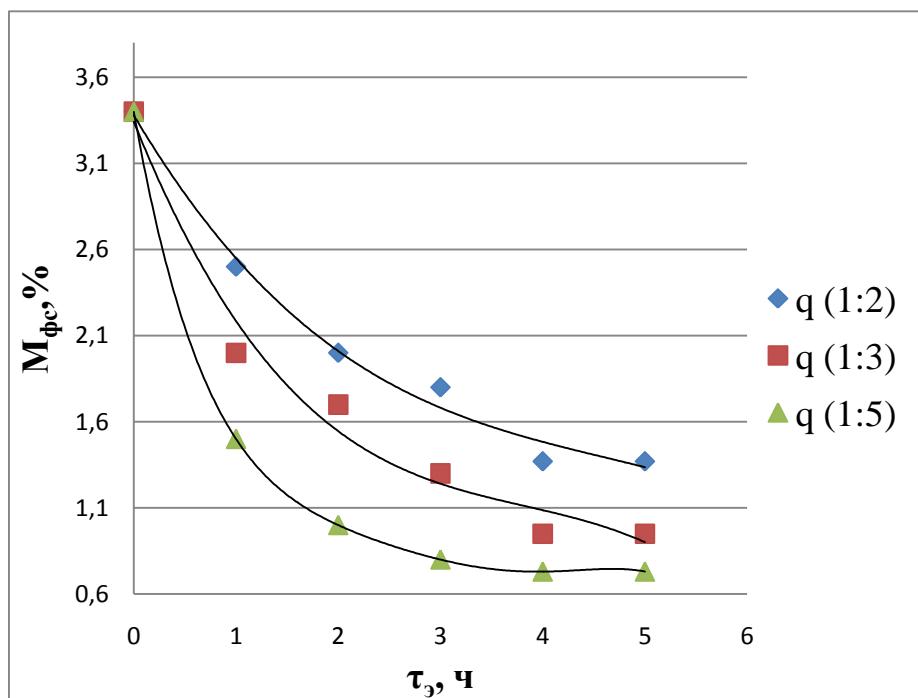


Рис. 3. Концентрационные кривые противоточного процесса экстрагирования фенольных соединений из корней с корневищами КЛ

Получены следующие уравнения регрессии:

$$\begin{aligned} q(1:2) y &= -0,01x^3 + 0,18x^2 - 1,01x + 3,38 \quad R^2 = 0,989; \\ q(1:3) y &= -0,03x^3 + 0,35x^2 - 1,48x + 3,38 \quad R^2 = 0,979; \\ q(1:5) y &= -0,07x^3 + 0,69x^2 - 2,36x + 3,38 \quad R^2 = 0,992. \end{aligned}$$

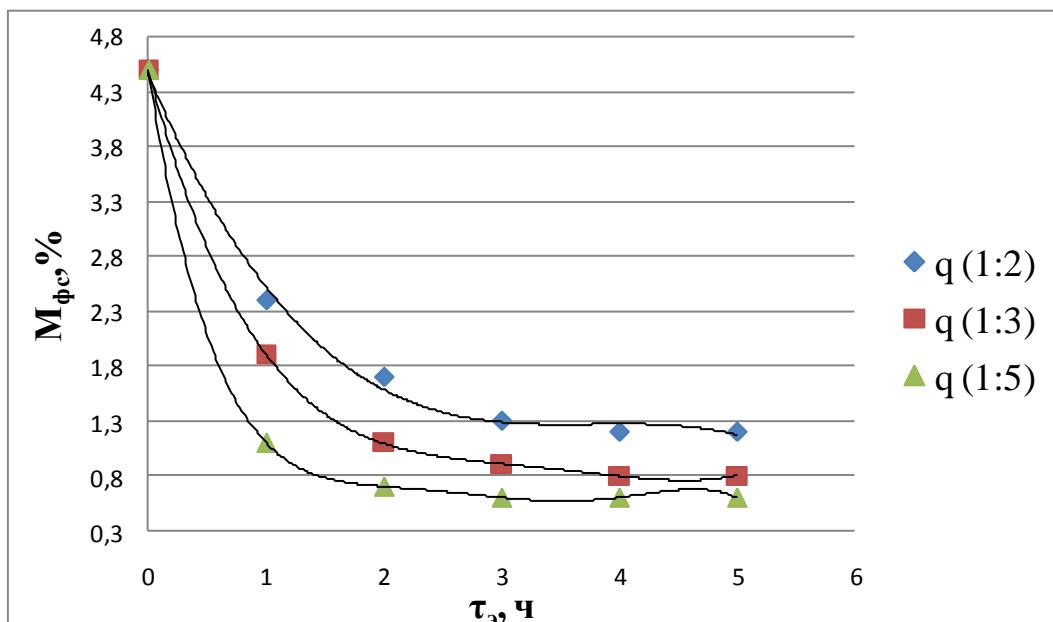


Рис. 4. Концентрационные кривые противоточного процесса экстрагирования фенольных соединений из надземной части ТО

Получены следующие уравнения регрессии для исследуемых значений q :

$$\begin{aligned} q(1:2) y &= -0,06x^3 + 0,68x^2 - 2,56x + 4,46 \quad R^2 = 0,995; \\ q(1:3) y &= -0,09x^3 + 0,98x^2 - 3,31x + 4,46 \quad R^2 = 0,995; \\ q(1:5) y &= -0,14x^3 + 1,42x^2 - 4,24x + 4,39 \quad R^2 = 0,978. \end{aligned}$$

Как следует из рисунков 1–4, максимальное снижение содержания фенольных соединений в исследуемом сырье достигается при значениях $q = 1:5$, экстрагируемость фенольных соединений из высушенного сырья при значениях $q = 1:2$ менее 20%. Максимальная экстракция БАВ из высушенного сырья характерна для $q = 1:7$. При оптимизации технологических параметров экстрагирования БАВ из свежего и высушенного сырья симплексным методом в начальной серии опытов приняты постоянными значения $q = 1:3$ – для свежего сырья и $q = 1:5$ – для высушенного сырья. Матрицу исходной серии опытов (табл. 2) – условия проведения первых четырех опытов рассчитывали по формуле

$$X_i = X_{0i} + \Delta x_i X_i, \\ X_1 = \frac{t - t_0}{\Delta t}; X_2 = \frac{C - C_0}{\Delta C}; X_3 = \frac{\tau - \tau_0}{\Delta \tau},$$

где

Таблица 2
Матрица опытов исходного симплекса

Номер опыта	X_1	X_2	X_3	X_4
1	K_1	K_2	K_3	K_4
2	$-R_1$	K_2	K_3	K_4
3	0	$-R_2$	K_3	K_4
4	0	0	$-R_3$	K_4
5	0	0	0	$-R_4$

Значения кодированных переменных, входящих в таблице 2. для каждого опыта рассчитывали по формулам:

$$K_i = \frac{1}{2_i(i+1)};$$

$$R_i = -K_i i,$$

где i – номер факторов в матрице планирования.

Таблица 3
Условия начальной серии опытов в кодированных переменных

Номер опыта	X ₁	X ₂	X ₃	X ₄
1	0,5	0,289	0,204	0,158
2	-0,5	0,289	0,204	0,158
3	0	-0,578	0,204	0,158
4	0	0	-0,612	0,158
5	0	0	0	-0,632

В таблице 4 приведены технологические параметры процесса экстрагирования и содержание фенольных соединений, выраженное в процентах по отношению к их количеству в исходном сырье (y , %).

Таблица 4
Технологические параметры экстракции и выход фенольных соединений

Номер опыта	x ₁ , °C		x ₂ , %	x ₃ , ч	y, %	
	1	2			1	2
1	55	45	66,5	3,2	69,4	68,3
2	45	35	66,5	3,2	62,6	62,8
3	50	40	62,5	3,2	65,0	67,0
4	50	40	65,0	2,4	62,7	64,9
5	50	40	69,0	2,4	70,8	71,8
6	50	40	69,0	2,9	72,0	72,0

Сравнивая между собой результаты первых четырех опытов, видим, что самый низкий выход фенольных соединений получился в 3-м опыте. Этот опыт исключим из дальнейшего рассмотрения. Заменим его опытом № 5, условия проведения которого рассчитаем по формуле

$$x_i = \left[\frac{2}{n} \left(\sum_{j=1}^{n-1} x_{ji} \right) \right] - x_i^*,$$

где x_i^* – значение факторов, при которых выход фенольных соединений минимальный.

В первом симплексе, образованном опытами № 1,2,4,5, самым неудачным является опыт № 4, его заменим опытом № 6. Дальнейшие исследования показали, что увеличения выхода фенольных соединений не происходит. Симплексным методом оптимизированы технологические параметры экстракции, обеспечивающие максимальный выход фенольных соединений около (70±2%) при температуре 50–55°C (корни) и 40–45°C (надземная часть), концентрации этилового спирта 70%, продолжительность экстрагирования 2,0–4,0 ч, при гидромодуле 1:3 и измельчении корней и корневищ растений до размера стружки толщиной частиц 2–3 мм, соцветьев и листьев до размера пластин 3–5 мм. Водные экстракты получены при этих же технологических параметрах экстрагирования; выход фенольных соединений составил 66,4%. На основании полученных данных разработана технологическая схема производства экстрактов из корней и корневищ исследуемых растений, включающая входной контроль, мойку, чистку, резку на частицы размером 2–3 мм, приготовление водно-этанольной смеси (70%-й раствор этилового спирта), экстрагирование при гидромодуле 1:3 для корней и корневищ и 1:5 для надземной части ТО и затем фильтрование экстракта (рис. 5).



Рис. 5. Технологическая схема производства экстрактов из дикорастущего сырья

Экстракты представляют собой жидкость зеленого (ТО), вишневого (КЛ), светло-коричневого (ЛБ), светло-желтого цвета (ОЛ). По результатам органолептической оценки установлено, что экстракты сохраняют присущие им вкусо-ароматические свойства в процессе хранения в герметичной светонепроницаемой упаковке при температуре $20\pm 5^{\circ}\text{C}$ в течение 6 мес.

С целью более детального и глубокого изучения отдельных классов и индивидуальных веществ моно-, ди- и полимерных фенольных соединений последние экстрагировали не только водой и водно-этанольной смесью, но и полярными и неполярными растворителями. На рисунках 1–4 показана зависимость экстрагирования фенольных соединений диэтиловым эфиром, этилацетатом и изопропиловым спиртом.

Литература

1. Frankel E.N. Antioxidants in lipid foods and their impact on food quality // Foot Chem. – 1996. – 57, № 1. – P. 51–55.
2. Comparison of large-bowel function and calcium balance during soft wheat bran and oat bran consumption / K.B. Hosig [et al.] // Cereal Chem.– 1996.– 73, № 3. – P. 392–398.
3. Шматков Д.А., Беляков К.В., Попов Д.М. Определение инулина в корнях лопуха большого // Фармация. – 1998. – № 6. – С. 3–7.
4. Шаззо Р.И., Касьянов Г.И. Технология CO_2 -обработки сырья растительного и животного происхождения // Хранение и переработка сельхозпродукции. – 1999. – № 3. – С.10–13.
5. Шаззо Р.И., Ильина И.А., Овчарова Г.П. Общая концепция и приоритеты научного обеспечения создания продуктов функционального назначения // Наука Кубани. – 1999. – №5. – С.17–21.
6. Шевелева С.А. Пробиотики. Пребиотики и пробиотические продукты. Современное состояние вопроса // Вопросы питания. – 1999. – № 2. – С. 32–39.

