



ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

УКРАЇНА

(19) **UA**

(11) **68276**

(13) **U**

(51) МПК

A23L 1/052 (2006.01)

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: **u 2011 08948**

(22) Дата подання заявки: **18.07.2011**

(24) Дата, з якої є чинними
права на корисну
модель: **26.03.2012**

(46) Публікація відомостей **26.03.2012, Бюл.№ 6**
про видачу патенту:

(72) Винахідник(и):

**Сукманов Валерій Олександрович (UA),
Зотова Ірина Олександрівна (UA)**

(73) Власник(и):

**ДОНЕЦЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ
УНІВЕРСИТЕТ ЕКОНОМІКИ І ТОРГІВЛІ
ІМЕНІ МИХАЙЛА ТУГАН-**

БАРАНОВСЬКОГО,

вул. Щорса, 31, м. Донецьк, 83050, Україна
(UA)

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ ПЕКТИНУ З ВИКОРИСТАННЯМ ВИСОКОГО ТИСКУ

(57) Реферат:

Спосіб одержання пектину включає двократне промивання рослинної сировини підкисленою та підігрітою водою, гідроліз-екстрагування протопектину, розділення фаз центрифугуванням, концентрування екстракту упарюванням та осадження пектину спиртом. Здійснюють обробку рослинної сировини високим тиском 100-600 МПа протягом 5-30 хв.

UA 68276 U

Корисна модель належить до харчової промисловості і може бути використана для виробництва пектину.

Відомий спосіб одержання пектину з рослинної сировини, який включає гідроліз рослинної сировини протягом 20-30 хв. при температурі 80-85 °С під впливом постійного електричного струму щільністю 0,05-0,10 А/см² в водному розчині електролітів (сірчана кислота або хлорид натрію); екстракцію пектину при гідромодулі 1:25 протягом 25 хв. при температурі 80 °С з вібраційним полігармонічним впливом в діапазоні частот 15-50 Гц; очистку та концентрування екстракту; висушування в вакуумі [1].

До недоліків способу можна віднести:

1) відсутність стадії промивання сировини від водорозчинних речовин, що може суттєво знизити якість одержаного пектину;

2) утворення продуктів електролізу (у випадку застосування сірчаної кислоти - суміші кисню і водню, у випадку хлориду натрію - хлору, водню та гідроксиду натрію), що може призвести до:

- утворення вибухонебезпечних або отруйних газових сумішей,

3) постійної зміни рН середовища через концентрування сірчаної кислоти або через утворення луку,

- окислювальної деструкції пектину в присутності хлору або гіпохлорит-аніону;

3) високий гідромодуль процесу екстракції (1:25) підвищує енерговитрати на нагрівання реакційної маси та подальше концентрування та висушування кінцевого продукту.

Відомий спосіб одержання пектину з рослинної сировини (яблучні вичавки), який включає стадії подрібнення до часток розміром 1-2 мм, промивання водою при температурі 25-45 °С та гідромодулі 1:15 протягом 30 хв., набухання та пресування сировини, гідроліз-екстрагування пектину протягом 45-60 хв. при температурі 40-50 °С при гідромодулі 1:5-1:15 в ультразвуковому полі інтенсивністю 5-10 Вт/см, розділення фаз та концентрування пектинового екстракту [2]. До недоліків способу можна віднести:

1) однократне промивання сировини значним об'ємом невідкисленої води є недостатнім для видалення водорозчинних компонентів та веде до зниження якісних показників пектину;

2) необхідність одержання часток певного розміру 1-2 мм для їх ефективної взаємодії з ультразвуковими хвилями;

3) локальні перегріви часток сировини під час ультразвукової обробки можуть призвести до термодеструкції молекул пектину та зниження його якості;

4) відсутність процедури одержання пектинового порошку.

Відомий спосіб одержання пектину з рослинної сировини (яблучні вичавки), який включає: двократне промивання сировини підкисленою водою у співвідношенні сировина:вода = 1:5 при температурі 50 °С і рН 2,5-3,0 протягом 15 хв., гідроліз-екстрагування при рН 1,8 і температурі 70 °С протягом 120 хв., нейтралізацію екстракту розчином гідроксиду натрію, розділення фаз центрифугуванням, концентрування екстракту при зниженому тиску, осадження пектину спиртом, сушіння та подрібнення [3].

До недоліків способу можна віднести недостатнє руйнування клітинних компонентів рослинної сировини при механічному видаленні соку, що може спричинити недостатнє вилучення пектину при гідролізі-екстрагуванні.

Даний спосіб [3] вибрано як прототип, оскільки за всіма технологічними параметрами та типом вихідної сировини він є найбільш близьким до способу, що заявляється.

В основу корисної моделі поставлено задачу збільшення виходу пектину за рахунок обробки рослинної сировини високим тиском.

Поставлена задача вирішується тим, що в способі одержання пектину з використанням високого тиску, який включає двократне промивання рослинної сировини підкисленою та підігрітою водою, гідроліз-екстрагування протопектину, розділення фаз центрифугуванням, концентрування екстракту упарюванням та осадження пектину спиртом, згідно з корисною моделлю, здійснюється обробка рослинної сировини високим тиском 100-600 МПа протягом 5-30 хв. при температурі 20-25 °С.

Сировиною для одержання пектину були свіжі яблучні вичавки сорту «Антонівка звичайна» вологістю 83-84 %, одержані після видалення соку в соковичавниці, обробку високим тиском вели в камері високого тиску в середовищі поліетиленсилоксанової рідини «ПЕС-3», промивання вичавок проводили в присутності соляної кислоти (ГОСТ 3118-77), гідроліз-екстрагування - в присутності фосфорної кислоти (ГОСТ 6552-80), як лужний реагент для нейтралізації використовували гідроксид натрію (ГОСТ 2263-79), для осадження пектину - ізопропіловий спирт (ГОСТ 9805-84).

В результаті одержують пектин з виходом 5,1-7,6 % (в перерахунку на сирі вичавки). Відмінністю способу, що заявляється, є обробка сировини високим тиском. Досягнутий в запропонованому способі результат обумовлений наступними причинами.

5 Пектин знаходиться серед компонентів клітинної стінки (целюлоза, геміцелюлоза), забезпечуючи разом з ними механічну міцність рослинних клітин. Крім того, майже весь нативний пектин знаходиться у формі протопектину - кальцієвих (в меншому ступені магнієвих) солей пектинових кислот та зв'язаний з іншими полісахаридами водневими зв'язками.

10 Для ефективного вилучення пектину з вичавок в розчин необхідне не тільки руйнування рослинних клітин, а й їх компонентів - в першу чергу клітинних стінок. Механічне руйнування рослинної тканини яблука, що відбувається в соковичавниці, спрямовано на порушення цілісності вакуолі з клітинним соком, яка є найбільшою за розміром органелою клітин соковитих плодів та відділена від інших органел тонкою одношаровою мембраною - тонопластом. Тобто механічна дія на рослинну клітку, достатня для видалення соку, не може нанести значних руйнувань клітинній стінці. На відміну від цього, вплив високого тиску може бути фактором, що 15 порушує міжмолекулярні взаємодії компонентів клітинної стінки, забезпечуючи в подальшому більш легкий та повний перехід пектину в водну фазу під час екстракції, що фіксується як збільшення виходу. Оскільки клітинна стінка має певні пружно-механічні властивості, її руйнування залежить від величини тиску та тривалості його дії, під час якої можуть відбуватись зминання, злам, розриви та подрібнення. Через це величина виходу (вилучення) пектину 20 свідчить про глибину руйнування клітинних стінок.

Досліджено мікроструктуру одержаних зразків пектину за допомогою растрового електронного мікроскопу JSM-6490LV (JEOL, Японія). На фіг. 1 наведено мікрофотографії фрагментів часток пектинів, одержаних з яблучних вичавок без обробки високим тиском, на фіг. 2 - оброблених тиском 300 МПа протягом 30 хв., на фіг. 3 - оброблених тиском 600 МПа 25 протягом 15 хв., на фіг. 4 - оброблених тиском 600 МПа протягом 30 хв.; всі зображення зроблені при збільшенні $\times 3000$.

Порівняльний аналіз мікрофотографій свідчить, що у всіх зразках пектину присутні фібрили, характерні для лінійних полімерів, яким є пектин. Фібрили поєднані в тяжі різного діаметра та довжини, які розташовані нерегулярно і в різних напрямках один від одного. Таким чином, всі 30 досліджені зразки пектинів, незалежно від ступеня обробки вихідних яблучних вичавок, мають однакову аморфну структуру без будь-яких помітних відмінностей. Це є наслідком того, що пектин у вигляді твердої фази утворюється з його водного розчину при осадженні спиртом, і цей процес є однаковим для всіх одержаних пектинів, незалежно від впливу тиску, який попередньо зазнали яблучні вичавки.

35 Приклад конкретного виконання.

Свіжі яблучні вичавки герметично закупорюють в поліетилен та обробляють в камері під тиском 100 МПа протягом 5 хв. Відбирають наважку масою 50,0 г, перемішують протягом 15 хв. з 250 мл води, підкисленої соляною кислотою до рН 2,5-3,0 при температурі 50 °С, відділяють рідку фазу фільтруванням. Процедуру повторюють двічі. В проміті вичавки додають 12-кратну 40 кількість води (600 мл), фосфорну кислоту до рН 1,80 та перемішують протягом 120 хв. при 70 °С. Охолоджують до 25-30 °С та нейтралізують 10% розчином гідроксиду натрію до рН 3,0-4,0. Відділяють рідку фазу від баластного осаду центрифугуванням протягом 3-5 хв. при $G = 625-700 g$, упарюють розчин до 100 мл при температурі 70 °С та залишковому тиску 0,1 атм., охолоджують та додають 300 мл ізопропілового спирту. Осад пектину, що утворився, 45 відфільтровують, сушать та подрібнюють. Отримують біло-кремовий порошок вологістю 10%. Вихід пектину від маси вичавок в залежності від величини та тривалості дії тиску наведено в табл. (в перерахунку на безводну речовину). Тиск нижче 100 МПа та вище 600 МПа в даному діапазоні часу суттєво не впливає на вихід пектину.

50 Техніко-економічною перевагою способу, що заявляється, є збільшення виходу цільового продукту.

Таблиця

Залежність ¹⁾виходу пектину (%) від величини та тривалості дії тиску

Тиск, МПа	Тривалість дії тиску, хв.					
	5	10	15	20	25	30
100	5,08	5,26	5,54	5,72	5,92	6,12
200	5,24	5,57	6,12	6,56	6,70	6,78
300	5,29	5,69	6,31	6,82	6,98	7,09
400	5,52	6,02	6,68	7,16	7,31	7,42
500	5,54	6,10	6,74	7,25	7,40	7,54
600	5,58	6,16	6,83	7,31	7,43	7,57
Прототип (без обробки тиском): вихід 5,04 %						

1) Примітка: безводного для способу, що заявляється, та прототипу вказано вихід пектину від маси сирих яблучних вичавок

Джерела інформації:

5 1. Пат. 2305415 Российская федерация, МПК (2006.01) A23L 1/0524. Способ получения пектина [Текст] / С.Ф. Яцун, М.Б. Коновалов, В.Я. Мищенко. -№ 2005111450/13; заявл. 18.04.2005; опубл. 10.09.2007, Бюл. № 25. - 4 с.

10 2. Пат. 47866 Україна, МПК A23L 1/0524 (2009.01). Спосіб вилучення пектину з пектиновмісної сировини [Текст] / О.Ф. Луговський, І.М. Берник, І.О. Крапивницька (Україна); заявник Вінницький аграрний держ. ун-т. - № u200909435; заявл. 14.09.2009; опубл. 25.02.2010, Бюл. № 4.-3 с.

15 3. Пат. 59570 Україна, МПК A23L 1/052. Спосіб одержання пектину з яблучних вичавок [Текст] / В.О. Сукманов, І.О. Зотова (Україна) ; заявник Донецький нац. ун-т економіки і торгівлі ім. М. Туган-Барановського. - № u201011578; заявл. 29.09.2010; опубл. 25.05.2011, Бюл. № 10. - 4 с. (прототип).

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

20 Спосіб одержання пектину, який включає двократне промивання рослинної сировини підкисленою та підігрітою водою, гідроліз-екстрагування протопектину, розділення фаз центрифугуванням, концентрування екстракту упарюванням та осадження пектину спиртом, який **відрізняється** тим, що здійснюють обробку рослинної сировини високим тиском 100-600 МПа протягом 5-30 хв.

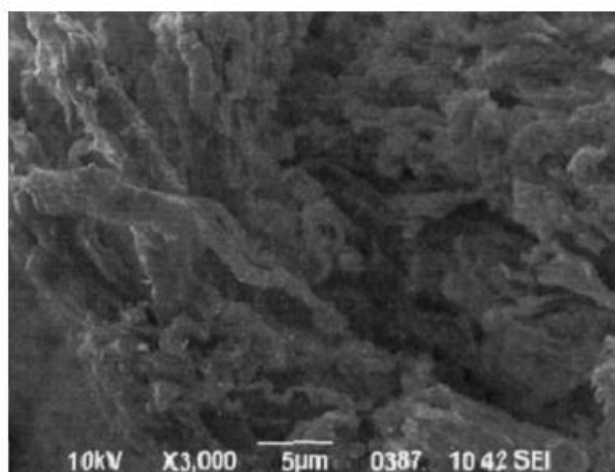


Fig. 1

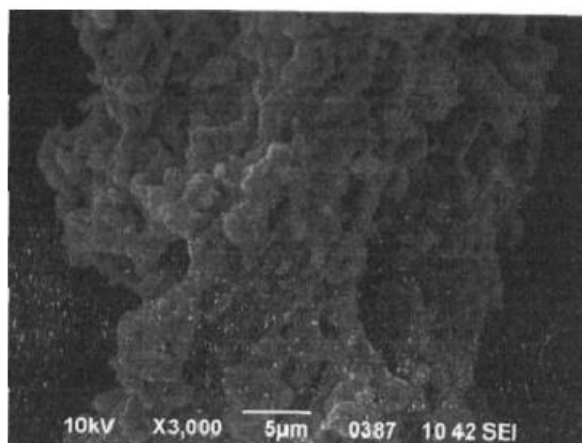


Fig. 2

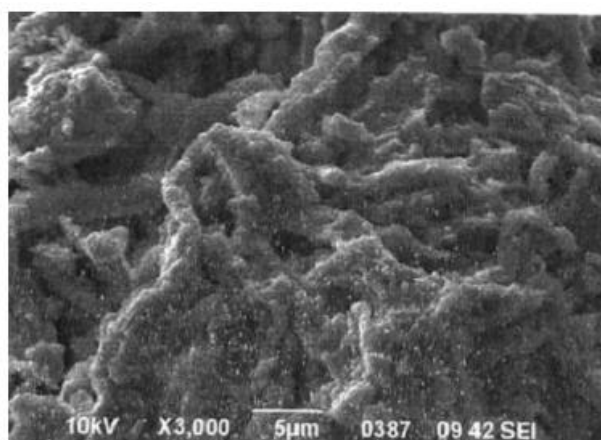


Fig. 3

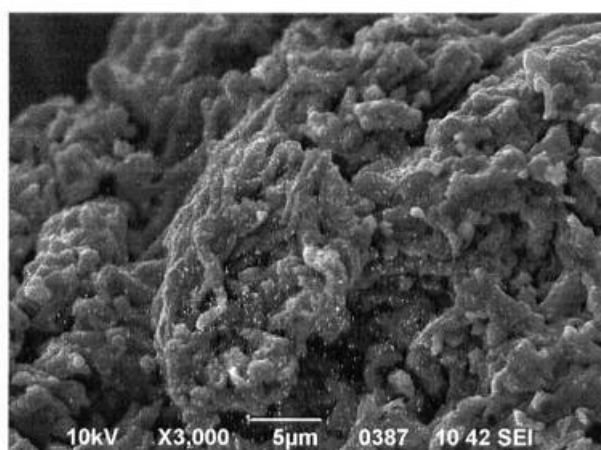


Fig. 4

Комп'ютерна верстка Л. Купенко

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Урицького, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

ДП "Український інститут промислової власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601