



УКРАЇНА

(19) UA

(11) 112392

(13) U

(51) МПК

C08B 37/06 (2006.01)

A23L 29/231 (2016.01)

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки:	u 2016 07358	(72) Винахідник(и):	Грабовська Олена В'ячеславівна (UA), Пастух Ганна Степанівна (UA), Добриденьок Аліна Сергіївна (UA), Бабій Аліна Миколаївна (UA), Галатенко Тетяна Олександрівна (UA)
(22) Дата подання заявки:	06.07.2016	(73) Власник(и):	НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ ХАРЧОВИХ ТЕХНОЛОГІЙ, вул. Володимирська, 68, м. Київ-33, 01601 (UA)
(24) Дата, з якої є чинними права на корисну модель:	12.12.2016		
(46) Публікація відомостей про видачу патенту:	12.12.2016, Бюл.№ 23		

(54) СПОСІБ ОТРИМАННЯ ПЕКТИНУ З КОМБІНОВАНОЇ РОСЛИННОЇ СИРОВИНИ

(57) Реферат:

Спосіб отримання пектину з комбінованої сировини передбачає промивання сировини, відокремлення твердої фази від промивних вод (пресування), гідроліз-екстрагування пектинових речовин, відокремлення пектинового екстракту, нейтралізацію, коагуляцію пектину етанолом, зневоднення коагуляту і висушування пектину. Пектин вилучають із суміші рослинної сировини, а саме - картопляної мезги та гарбузових вичавок, взятих у співвідношенні 1:1...1,2. Процес гідролізу-екстрагування проводять у два етапи: перший - комплексним ферментним препаратом (ФП) целюлолітичної дії за температури 45...50 °С, рН 5,5...6,0 протягом 1,0...1,5 год., додаючи ФП у кількості 400...450 од. ЦПА/г СР при гідромодулі 1:10...12, а другий - в присутності хлоридної кислоти за температури 75...80 °С, рН гідролізної суміші 1,4...1,6 протягом 60...70 хв.

UA 112392 U

Корисна модель належить до харчової промисловості, а саме до способу отримання пектину, що використовується у різних галузях харчової промисловості, косметології та фармації.

Поряд з пектинами, що отримують шляхом гідролізу одного виду сировини, за замовленням промисловості виробляються пектини, що мають специфічні властивості, які одержують із суміші рослинної сировини, наприклад - суміш яблучних і цитрусових вичавок.

За технічною суттю найбільш близьким і прийнятним за прототип є спосіб отримання пектину з суміші цитрусових шкірок та кошиків соняшника [Лакеу М.Й., Разработка технологии комбинированных пектинов из растительного сырья Эфиопии. Автореферат дис. к.т.н. - Краснодар: КубГАУ, 2001, с. 8-20]. Даний спосіб дозволяє отримати пектини із заданими властивостями за рахунок комбінування різної сировини. Сухі подрібнені вичавки цитрусових та кошиків соняшнику піддають кислотно-термічному гідролізу за параметрів: температура 80 °С, рН - 1,8, тривалість - 2 год., гідромодуль - 1:14. Проте, цільовий продукт має специфічний запах і гіркий смак, що обмежує можливості його використання.

Перспективною сировиною для отримання комбінованого пектину є суміш картопляної та гарбузової вторинної сировини.

В основу корисної моделі поставлена задача створення способу вилучення пектину з комбінованої сировини, а саме: картопляної мезги, як відходу крохмального виробництва та гарбузових вичавок, як відходу консервного виробництва.

Поставлена задача вирішується тим, що спосіб отримання пектину з комбінованої сировини передбачає промивання сировини, відокремлення твердої фази від промивних вод (пресування), гідроліз-екстрагування пектинових речовин, відокремлення пектинового екстракту, нейтралізацію, коагуляцію пектину етанолом, зневоднення коагуляту і висушування пектину. Згідно з корисною моделлю, пектин вилучають із суміші рослинної сировини, а саме - картопляної мезги та гарбузових вичавок, взятих у співвідношенні 1:1...1,2, процес гідролізу-екстрагування проводять у два етапи: перший - комплексним ферментним препаратом (ФП) целюлолітичної дії при температурі 45...50 °С, рН 5,5...6,0 протягом 1,0...1,5 год., додаючи ФП у кількості 400...450 од. ЦлА/г СР при гідромодулі 1:10...12, а другий - в присутності хлоридної кислоти за температури 75...80 °С, рН гідролізованої суміші 1,4...1,6 протягом 60...70 хв.

Причинно-наслідковий зв'язок між запропонованими ознаками і очікуваним технічним результатом полягає в наступному.

Для отримання пектину використовується комбінована вторинна сировина - відхід картоплекрохмального виробництва - картопляна мезга (КМ), та відхід консервного виробництва - гарбузові вичавки (ГВ). Такий вибір сировини обумовлений її доступністю та високим вмістом пектинових речовин. Крім того, гарбузовий пектин є високоетерифікованим (СЕ = 80 %), проте має пониженому комплексують здатність, а картопляний пектин має середній ступінь етерифікації (СЕ = 47-52 %) і відрізняється підвищеною комплексують здатністю.

Співвідношення сировини 1:1...1,2 (КМ:ГВ) обумовлене тим, що саме така пропорція дозволяє отримати високий вихід пектину з гарними фізико-хімічними властивостями. При співвідношенні картопляна мезга: гарбузові вичавки як 2:1 відповідно, вихід пектину зменшується, а отриманий пектин не утворює драглі. Якщо співвідношення сировини КМ:ГВ становить 1:2, вихід і якість пектину подібні до показників, отриманих при використанні сировини у пропорції 1:1, при цьому збільшуються витрати більш цінної сировини гарбузових вичавок.

При вилученні пектину промивання сировини є необхідним технологічним етапом. В процесі промивання сировини, видаляються розчинні баластні сполуки та залишковий крохмаль з картопляної мезги, що значною мірою впливає на чистоту та якість пектину.

Наступним етапом є відокремлення твердої фази від промивних вод шляхом пресування для максимального видалення вологи і водорозчинних баластних речовин.

Класична технологія пектину базується на кислотно-термічному гідролізі рослинної сировини. Проте, навіть за жорстких умов (висока температура, низьке рН) гідроліз протопектину відбувається не повною мірою. Для збільшення виходу пектину використовують ферментні препарати (ФП), що ефективно гідролізують структурні полісахариди рослин - целюлозу і геміцелюлозу. Їх дія виявляється в руйнуванні внутрішніх зв'язків у молекулах полісахаридів, наприклад β -1,4-глікозидних зв'язків у молекулах целюлози. В результаті дії цих ферментів руйнується клітинна структура сировини і полегшується екстракція пектинових речовин.

Після пресування, суміш піддають обробленню ФП целюлолітичної дії при температурі 45...50 °С, рН 5,5...6,0 протягом 1,0...1,5 год., додаючи ФП у кількості 400...450 од. ЦлА/г СР при гідромодулі 1:10...12. Вказані межі температури та рН ферментативного гідролізу є оптимальними для виявлення максимальної активності даного ФП. При температурі понад

50 °C відбувається інактивація ферменту, при температурі нижче за 45 °C виникає необхідність збільшення тривалості гідролізу. Внесення ФП у меншій кількості ніж 400 од. ЦлА/г СР призводить до необхідності збільшення тривалості процесу, та попри це досягти максимального виходу пектину за такого дозування ФП не можливо. Перевищення кількості ФП понад 450 од.

5 ЦлА/г СР є економічно не доцільним, оскільки не призводить до значного збільшення виходу пектину. Тривалість процесу менше 1 год. є недостатньою для руйнування целюлозно-пектинового комплексу, що пов'язано в подальшому зі зменшенням виходу кінцевого продукту. При збільшенні тривалості процесу понад 1,5 год. підвищується в'язкість екстракту через екстрагування продуктів гідролізу целюлози та геміцелюлози, що призводить до ускладнень при відокремленні рідкої фази, зменшення виходу і чистоти пектину.

10 Вказані межі гідромодулю 1:10...12 обумовлені тим, що вони є оптимальними для ефективного проходження процесу гідролізу. При зменшенні гідромодуля до 1:9 погіршуються умови гідролізу внаслідок високої в'язкості суміші, оскільки гарбузова сировина сильно гідратується і набухає, а при збільшенні гідромодуля до 1:13 виникає необхідність внесення

15 більшої кількості ФП внаслідок розбавлення суміші і подальшого концентрування екстракту.

На вихід та чистоту пектину, крім попереднього оброблення сировини ФП, впливають параметри кислотного-термічного гідролізу: вид гідролізуючого реагенту, рН середовища, температура та тривалість процесу.

Після завершення ферментативного гідролізу продовжують процес при додаванні розчину

20 хлоридної кислоти до рН гідролізної суміші 1,4...1,6 за гідромодуля 1:10...12. Пониження рН та підвищення температури веде до інактивації ФП целюлази. Проведення процесу кислотного-термічного гідролізу за рН середовища менше 1,4 призводить до деградації пектинових макромолекул, а за рН понад 1,6 - є не ефективним для гідролізу протопектину даної комбінованої сировини і призводить до зменшення виходу пектину. Нами обрано хлоридну

25 кислоту, оскільки вона має найвищу реакційну здатність (найбільша константа швидкості гідролізу протопектину), є сильнодисоційованою кислотою, дешевою у порівнянні з іншими реагентами, які використовуються для отримання пектину.

Температура гідролізу-екстрагування 75...80 °C вибрана тому, що при температурах нижче за 75 °C недостатньо пройде процес гідролізу протопектину, а при температурах понад 80 °C

30 можливий гідроліз (деструкція) пектинових макромолекул, що призводить до зменшення виходу спиртоосаджуваного пектину та погіршення його якісних технологічних показників.

Тривалість екстрагування становить 60...70 хв. Такий інтервал часу достатній для гідролізу протопектину (його переходу в розчинну форму) не впливаючи негативно на пектинові макромолекули. Тривалість процесу менше за 60 хв. є недостатньою для екстрагування водорозчинних пектинових речовин і гідролізу протопектину. При збільшенні тривалості процесу

35 понад 70 хв. за кислотного гідролізу рослинної сировини, підвищується концентрація баластних відносно до пектину речовин та можлива деструкція пектинових макромолекул.

Після закінчення процесу гідролізу-екстрагування, тверду фазу відокремлюють від рідкої та охолоджують до кімнатної температури, після чого екстракт нейтралізують гідроксидом амонію

40 до рН 3,5...4,5, проводять коагуляцію пектинових речовин у екстракті за допомогою етилового спирту, відокремлюють коагулят, додатково промивають етанолом, отриманий пектиновий коагулят зневоднюють, висушують, подрібнюють та просіюють.

Застосування комбінованої сировини дає змогу отримати більш високий вихід пектину із покращеними якісними показниками, порівняно із проведенням тих самих операцій для кожного

45 виду сировини окремо.

Приклад практичного застосування способу (приклад № 3, табл.1)

Картопляну мезгу і гарбузові вичавки окремо промивають водою кімнатної температури для видалення крохмалю та розчинних баластних сполук, після чого відокремлюють рідку фазу шляхом пресування до вологості сировини 72 %. Відпресовану сировину беруть у

50 співвідношенні КМ:ГВ як 1:1. Підготовлену сировину масою 50 г змішують зі 150 мл попередньо підготовленого розчину, що містить 400 од. ЦлА/г СР комплексного целюлолітичного ФП "Целюлад" (активністю 9000 ЦлА од./г), вітчизняного виробництва, підігрітого до температури 50 °C. Ферментативний гідроліз проводять за умов: температура - 50 °C, тривалість - процесу 1 год., рН - 6,0.

55 Подальший кислотний гідроліз здійснюють за рН суміші 1,4. Значення рН коригують внесенням хлоридної кислоти. Витримують суміш при температурі 75 °C протягом 60 хв. при періодичному перемішуванні. Після закінчення гідролізу-екстрагування пектинових речовин, відокремлюють екстракт, охолоджують до кімнатної температури та нейтралізують до рН 3,5. Осадження пектину проводять етиловим спиртом (96 %) при співвідношенні екстракту та спирту

60 як 1:2. Суміш залишають у спокої протягом 1 год., потім відокремлюють коагулят. Після

додаткового промивання спиртом, відокремлений пектиновий коагулят зневоднюють, висушують при температурі 60...65 °С і подрібнюють. Вихід пектину становить 14,5 %, уронідна складова - 74 %, ступінь етерифікації 78 %.

Інші приклади здійснення способу наведено в таблиці.

- 5 Висновок: за даними, представленими в таблиці, оптимальними параметрами вилучення пектину з суміші картопляної і гарбузової сировини є ті, що представлені у прикладах 3, 4, які забезпечують високий вихід, чистоту

Таблиця

№ п/п	Співвідношення КМ:ГВ	Параметри процесу гідролізу ФП целюлази		Параметри кислотно-термічного гідролізу			Показники			Висновок
		Тривалість, год.	Кількість ФП, од.ЦлА/г СР	Температура, °С	pH	Тривалість, хв.	Вихід пектину, %	Ступінь етерифікації, %	Уронідна складова, %	
1	2:1	0,8	300	68	1,0	50	10,7	48	47,3	Низький вихід та уронідна складова пектину
2.	1,2:1	1,0	350	70	1,2	55	12,5	65	54,6	Високий вихід, але низька уронідна складова пектину
3.	1:1	1,0	400	75	1,4	60	14,5	78	74	Високий вихід і чистота пектину
4.	1:1,2	1,5	450	80	1,6	70	15,3	80	75,3	Високий вихід і чистота пектину
5.	1:2	2	500	85	1,8	75	15,1	85	74,5	Високий вихід і чистота пектину

- 10 (уронідна складова) та необхідні фізико-хімічні показники готового продукту: високу драглеутворювальну і комплексоутворювальну здатність. За перших двох варіантів здійснення способу (приклади способів 1, 2) спостерігається нижчий вихід пектину з підвищеним вмістом баластних речовин та низькою драглеутворювальною здатністю, а за способом 5 вилучений пектин суттєво не відрізняється за показниками від 3 та 4, проте має пониженою
- 15 комплексоутворювальну здатність. Поєднання картопляної і гарбузової сировини дозволяє більш ефективно використати специфічні властивості обох видів вторинної сировини.

- Технічний результат полягає у створенні способу отримання пектину з комбінованої рослинної сировини з підвищеним виходом та уронідною складовою та покращеними комплексоутворювальною і драглеутворювальною здатністю, що використовується у різних галузях харчової промисловості та фармації.
- 20

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

- 25 Спосіб отримання пектину з комбінованої сировини, що передбачає промивання сировини, відокремлення твердої фази від промивних вод (пресування), гідроліз-екстрагування пектинових речовин, відокремлення пектинового екстракту, нейтралізацію, коагуляцію пектину етанолом, зневоднення коагуляту і висушування пектину, який **відрізняється** тим, що пектин вилучають із суміші рослинної сировини, а саме - картопляної мезги та гарбузових вичавок, взятих у співвідношенні 1:1...1,2, процес гідролізу-екстрагування проводять у два етапи: перший
- 30 - комплексним ферментним препаратом (ФП) целюлолітичної дії за температури 45...50 °С, pH 5,5...6,0 протягом 1,0...1,5 год., додаючи ФП у кількості 400...450 од. ЦлА/г СР при гідромодулі 1:10...12, а другий - в присутності хлоридної кислоти за температури 75...80 °С, pH гідролізної суміші 1,4...1,6 протягом 60...70 хв.

Комп'ютерна верстка Г. Паяльніков

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