



УДК.664.292: 633.854.78

Сорбция красящих веществ из растворов пектина активированным углем

Халецкий А.В., Котов В.В., Лукин А.Л.

Воронежский государственный аграрный университет имени К.Д.Глинки, Воронеж

Поступила в редакцию 19.03.2009 г.

Аннотация

Исследован процесс осветления растворов пектина, полученных кислотной экстракцией из корзинок подсолнечника щавелевой кислотой, на активированном угле марки БАУ-А. Выявлена возможность достижения степени осветления растворов более 80%. Установлен факт соосаждения меланоидинов и оксалата кальция. Сорбционная очистка позволяет получать пектин с полигалактуроновой составляющей 75%.

Ключевые слова: сорбция, пектин, активированный уголь

The article focuses on the process of lightening of pectin solution which is the result of acid extraction from sunflower heads with help of sorrel acid and activated carbon (type BAU-A). The experiment shows that it is possible to achieve lightening level of such solutions at over 80%. Also, it is found that melanoidines and calcium oxalates are also precipitated. Sorption helps to get 75% of poligalacturon acid in pectin.

Keywords: activated carbon, sorption

Введение

Получение новых продуктов функционального назначения является одним из приоритетных направлений в области здравоохранения и здорового питания населения. Одним из таких продуктов является важнейший природный детоксикант пектин. Одно из главных свойств пектина – способность вступать в реакции комплексообразования с ионами тяжелых металлов, что способствует их выведению из животных организмов, предотвращая блокирование действия ферментов [1]. Суточная потребность человека в пектине составляет 2-4 г.

Пектиновые вещества содержатся в растительных клетках, где выполняют роль структурирующего агента, а также регулируют водный режим растений. По химическому строению пектиновые вещества представляют собой гетерополисахариды, в которых главная цепь поли-β-галактуроновой кислоты связана с боковыми, образованными различными пенто- и гексозанами. Извлечение пектина из растительного сырья проводится кислотным гидролизом, в процессе которого отщепляются боковые цепи, а далее поли-β-галактуроновая кислота осаждается из экстрактов этанолом или хлоридом кальция [2]. Полученный продукт содержит различные примеси, одна из которых - красящие вещества меланоидины,

ухудшающие качество и товарный вид пектина. Поэтому необходимым этапом при его получении является стадия очистки от красящих веществ.

Меланоидины представляют собой сложные соединения, образующиеся в процессе переработки растительного сырья из низкомолекулярных соединений (аминокислот, углеводов, фенолов). При соприкосновении с воздухом они подвергаются биохимическому окислению с участием ферментов [3]. Образование меланоидинов всегда проходит при нагревании. Достоверных сведений о структуре этих веществ не имеется, однако известно, что их молекулы содержат карбоксильные, карбонильные, фенольные, спиртовые и аминогруппы.

Для очистки продуктов переработки растительного сырья от красящих веществ наиболее эффективно применение сорбционных методов. Так, в сахарной промышленности используются анионообменные смолы пористой структуры [3], позволяющие практически полностью сорбировать меланоидины из водных растворов. Ионный обмен для сорбции примесей используется также и в технологии получения пектина [4,5], однако данные о сорбции красящих веществ при этом практически отсутствуют. Нет также достоверных данных об использовании в тех же целях активированных углей. Между тем, несмотря на гидрофильную природу меланоидинов, их молекулы, наряду с высокой молекулярной массой, обладают достаточно большой углеводородной частью, что позволяет предположить определенное сродство к гидрофобной матрице активированного угля.

Целью работы является установление закономерностей процесса очистки экстрактов пектина, полученных из корзинок подсолнечника, активированным углем БАУ-А.

Эксперимент

Пектин выделялся из высушенных и измельченных до 2-5 мм корзинок подсолнечника сорта «Лакомка» экстракцией 0,5 %-ным раствором щавелевой кислоты при температуре 75⁰ С, гидромодуле 1:15 в течение 2,5 часов. Далее экстракт отфильтровывался и подвергался осветлению на активированном угле БАУ-А (ГОСТ 6217-74).

Очистка экстракта пектина проводилась в колонке с активированным углем. Высота загрузки угля в колонке составляла 15 см, а масса сорбента 160 г. Пектинсодержащий раствор объемом 500 мл подавался сверху со скоростью 5 мл/мин. Фильтрат собирался и снова пропусклся через колонку. Количество циклов сорбции равнялось пяти. Светопоглощение растворов измерялось на фотоэлектроколориметре КФК-2 при длинах волн 490 и 540 нм, а содержание пектина - гравиметрически осаждением 96 %-ным этанолом с последующим высушиванием при 100⁰ С. Степень осветления растворов R, % рассчитывалась по формуле:

$$R = \frac{D_0 - D_i}{D_0} \cdot 100 \quad (1)$$

где D_0 и D_i — оптическая плотность соответственно исходного и очищенного растворов. Суммарное количество сорбированного пектина и примесе N (%) рассчитывалось по уравнению:

$$N = \frac{C_0 - C_i}{C_0} \cdot 100 \quad (2)$$

где C_0 и C_i — концентрации сухого вещества в исходном и очищенном растворах соответственно.

Аналитические характеристики пектина определялись по стандартной методике алкали - и ацидиметрическим кондуктометрическим титрованием [2].

Результаты и их обсуждение

На рис. 1 показаны результаты сорбции красящих веществ (кривая 1) на активированном угле.

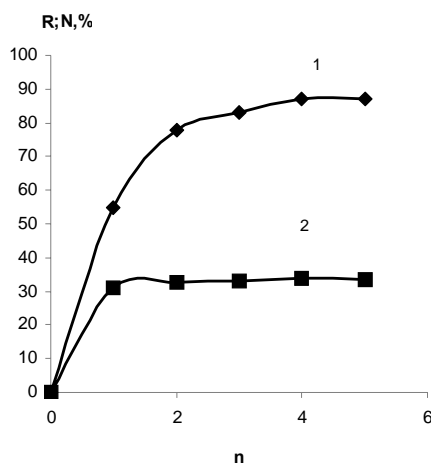


Рис. 1. Зависимость степени осветления R (1) пектинового экстракта и количества сорбированных сухих веществ N (2) от числа циклов сорбции n

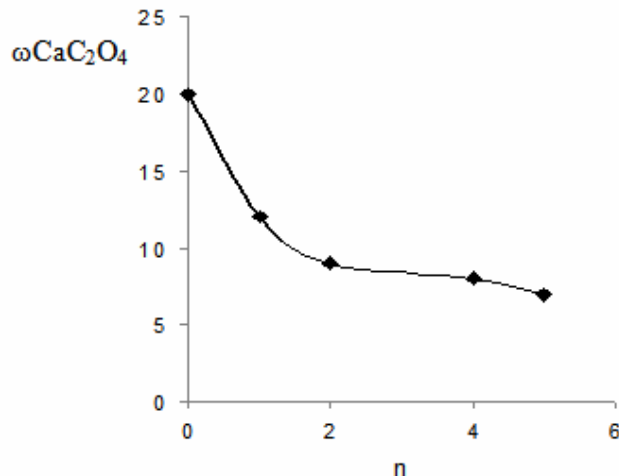


Рис. 2. Зависимость содержания оксалата кальция ($\omega\text{CaC}_2\text{O}_4$) в пектине от числа циклов сорбционной очистки (n) на активированном угле

Зависимость степени осветления раствора от числа циклов сорбции имеет достаточно резкий наклон на первых стадиях процесса и практически параллельный оси абсцисс участок на последующих. Предельная сорбция красящих веществ составляет 86 % от их начальной концентрации. Статистическая обработка данных показала достаточно высокую точность и воспроизводимость результатов сорбционной очистки. Относительное стандартное отклонение составило 8,2-8,8 % при низких и 2,9-3,4 % при высоких степенях осветления растворов. Причиной достаточно высокой степени очистки экстрактов от красящих веществ является

проявление дисперсионных взаимодействий углеводородных частей меланоидинов с активными центрами сорбента.

Обращает на себя внимание то, что наряду с красящими веществами проходит уменьшение массы в растворе сухих веществ (рис.1, кривая 2). При этом основное ее снижение проходит в начале процесса, а затем практически не изменяется. Причиной этого может служить образование на поверхности новых активных центров, представляющих собой гидрофильные участки сорбируемых меланоидинов, что приводит к соосаждению как меланоидинов, так и пектина. Кроме того, уменьшение массы веществ в очищаемом растворе может быть связано с сорбцией, наряду с меланоидинами, веществ белкового характера, которые присутствуют в экстрактах. В дальнейшем, когда практически полностью достигается максимальная сорбция красящих веществ, дополнительная сорбция пектина прекращается.

Одним из компонентов экстракта, получаемого при извлечении пектина из растительного сырья щавелевой кислотой, является оксалат кальция, образующийся при разрушении кальций-пектатных мостиков протопектина [2]. Представляет интерес оценить распределение этого продукта в сорбционном процессе и содержание его в очищенном пектине.

На рис .2 показано изменение содержания оксалата кальция в пектине в процессе сорбционной очистки, определенное методом перманганатометрического титрования [6]. Резкое снижение содержания оксалата кальция в пектине на начальной стадии процесса указывает на соосаждение его с меланоидинами и другими примесями. Полное удаление его из пектина не достигается, однако содержание этой примеси составляет менее 10 %. Подтверждением эффективности сорбционной очистки пектина от примесей различного характера является повышение в очищенном пектине величины так называемой полиуронидной составляющей — массовой доли суммы свободной и этерифицированной полигалактуроновой кислоты в пектине. В неочищенном пектине этот показатель составляет 62,2%, а в очищенном на активированном угле — 75%.

Полученные результаты (рис. 1;2) позволяют сделать вывод, что в данных условиях вполне достаточным является два цикла сорбции красящих веществ при очистке пектина от примесей. Увеличение числа циклов сорбции существенно не влияет на показатели процесса и является нецелесообразным.

Заключение

1. При исследовании процесса сорбционной очистки растворов подсолнечного пектина на активированном угле БАУ-А выявлена возможность их осветления до степени выше 80 %.

2. Сорбционная очистка растворов пектина активированным углем БАУ-А вызывает соосаждение меланоидинов, оксалата кальция и других примесей на угле.

3. В результате сорбционной очистки может быть получен пектин с содержанием полигалактуроновой составляющей 75%.

Список литературы

1. Лукин А.Л., Котов В.В., Мязин Н.Г. Свекловичный пектин: от поля до конечного продукта./ Лукин А.Л. - Воронеж: Истоки.,2005. – 176 с.

2. Донченко Л.В. Технология пектина и пектинопродуктов./ Донченко Л.В - М.: ДеЛи, 2000. – 256 с.

3. Селеменов В.Ф., Рудаков О.Б., Славинская Г.В., Дроздова Н.В. Пигменты пищевых производств/ В.Ф.Селеменов [и др.]. - М.: ДеЛи принт, 2008. – 246 с.

4. Архипова Т.Н. Применение ионообменных смол для очистки гидролизата пектина. / Архипова Т.Н. //Агротехника и селекция садовых культур. Сб. науч. трудов. Новосибирск, 1983. С.88-97.

5. Лукин А.Л., Славгородский С.В., Котов В.В., Науменко Л.Ф. Ионитная очистка свекловичного пектина// Сорбционные и хроматографические процессы. 2005.Т.5. Вып.3. С.326-332.

6. Основы аналитической химии. Практическое руководство. Учебное пособие. /Под ред. Ю.А.Золотова. - М.: Высшая школа, 2001. -463 с.

Халецкий Александр Викторович - аспирант кафедры химии, Воронежский государственный аграрный университет им К.Д.Глинки, Воронеж, тел. 8(4732) 537215

Котов Владимир Васильевич – д.х.н., проф. Кафедры химии, Воронежский государственный аграрный университет им К.Д.Глинки, Воронеж, тел. 8(4732) 537678

Лукин Алексей Леонидович – д.с.х.н, проф., зав.кафедрой биохимии и микробиологии, Воронежский государственный аграрный университет им К.Д.Глинки, Воронеж

Khaletsky Aleksander V. - postgraduate research student, Voronezh state agricultural university named after K.D.Glinka, Voronezh, e-mail: halvgau@rambler.ru

Kotov Vladimir V. - doctor of Chemical science, professor, Voronezh state agricultural university named after K.D.Glinka, Voronezh

Lukin Aleksey L. - doctor of agronomy science, professor, head of Biochemistry and microbiology department, Voronezh state agricultural university named after K.D.Glinka, Voronezh, e-mail: A.L.Loukine@vsau.ru