

ВИБІР ОПТИМАЛЬНОЇ ТЕХНОЛОГІЇ ОДЕРЖАННЯ ОЛІЙНОГО ЕКСТРАКТУ ПЛОДІВ МАКЛЮРИ

Ключові слова: маклюра, масляний екстракт, ізофлавоноїди, фітостерини, роторно-пульсаційний апарат

Номенклатура олійних екстрактів зареєстрованих на сьогодні в країнах СНД незначна. При цьому потенціал олійних екстрактів досить високий, оскільки рослинні олії здатні вибірково екстрагувати біологічно активні речовини із лікарської рослинної сировини та не є токсичними для людського організму. Як екстрагент рослинні олії доцільно використовувати для лікарської сировини, яка містить переважну кількість ліпофільних речовин, оскільки при цьому в екстрагент дифундують активні речовини і практично не екстрагуються водорозчинні баластні речовини [1]. Плоди маклюри, що зростають у південному Казахстані, багаті такими ліпофільними речовинами, як ізофлавоони, фітостерини, тритерпени, фосфоліпіди, токофероли, а також містять широкий комплекс поліненасичених жирних кислот [2].

Проведені попередні дослідження дали змогу виділити і вивчити фізико-хімічні та біологічні властивості цих речовин. У результаті дослідження екстрактів, одержаних з використанням різних екстрагентів, було встановлено, що найбільший вихід екстрактивних речовин забезпечує використання рослинних олій. Було проведено дослідження із вибору оптимального екстрагенту, що забезпечував би максимальний вихід активних речовин. На підставі одержаних даних встановлено, що максимальний вихід ізофлавонів та комплексу фітостеринів забезпечує використання як екстрагента соняшникової олії [3].

Мета дослідження – розроблення оптимальної технології одержання олійного екстракту з плодів маклюри помаранчевої з використанням як екстрагента соняшникової олії.

У цій роботі поставлено два основних завдання дослідження: вибір методу екстрагування та підбір оптимальних умов екстракції.

Матеріали та методи дослідження

Плоди маклюри помаранчевої зібрано в жовтні 2012 р. в міському парку м. Шимкент, Казахстан. Плоди подрібнено до розмірів 2 см² та висушено в конвективній печі «Binder» протягом 24 год за температури 60 °С. Далі плоди, помелені на лабораторному млині ударного типу, зберігали в скляній тарі. Для одержання олійних витягів використовували три методи: мацерація, метод екстракції зі змінним тиском (ЕЗТ), метод екстракції в роторно-пульсаційному апараті (РПА). Як екстрагент у всіх методах екстракції нами було використано соняшкову рафіновану олію марки «Шедевр» (АТ «Eurasian Foods Corporation», Казахстан). Оптимальне співвідношення «сировина–екстрагент», визначене дослідним шляхом, становило 1:10. Для замочування сировини використовували 95%-й етанол, попередні дослідження

дали змогу зробити висновок, що за високої міцності спирту вихід діючих речовин збільшується. Співвідношення «спирт–сировина» 1:1. Час замочування варіювали від 30 до 60 хв. Мацерацію здійснювали за загальностановленими методиками.

ЕЗТ виконували за кімнатної температури на лабораторному екстракторі «Timatic Micro 1.0» (Італія). Під час екстракції цим методом були використані такі параметри: тиск 5 атм., час компресії – 2 хв, час декомпресії – 2 хв (зразок № 3); час компресії – 3 хв, час декомпресії – 3 хв (зразок № 4); кількість циклів – 30.

РПА-екстракцію здійснювали на лабораторному роторно-пульсаційному апараті «Silverson L5M» (Великобританія). Як ротор і статор використовували подвійну перемішуючу насадку «Дуплекс». Радіальний зазор між ротором і статором становив 0,5 мм. Частота обертання ротора плавно збільшувалася від 15 до 50 об/с. Результати екстрагування подано в табл. 1.

Дослідження факторів, що впливають на вихід БАР, виконували за розробленою нами раніше методикою кількісного визначення суми ізофлавоноїдів в перерахунку на осайін і суми фітостеринів в перерахунку на лупеол. Ці речовини було обрано як стандарти у зв'язку з їх переважним вмістом у маклюрі [4]. Для оцінки виходу екстрактивних речовин використовувався спектрофотометр «Thermo Scientific Evolution S60» (США). Якісну оцінку одержаних екстрактів здійснювали за допомогою тонкошарової хроматографії (ТШХ), для чого використовували хроматографічні пластини марки «Sorbfil» ПТСХ-П-А 10х15. Для ізофлавоноїдів використовували систему розчинників гексан–етилацетат (9:2), ідентифікацію здійснювали 1%-м розчином заліза хлориду порівняно зі стандартами осайіна і поміферіна. Для фітостеринів використовували систему розчинників гексан–етилацетат (8:2), обприскування пластин робили 1%-м розчином ваніліну в сірчаній кислоті, після чого витримували за 110 °С протягом 5 хв. Як стандарт порівняння використовували лупеол. Хроматографічну ідентифікацію фітостеринів здійснювали після омилення екстрактів.

Результати дослідження та обговорення

Мацерація є одним з найдавніших методів екстрагування. Вона проста у виконанні, не потребує дорогого устаткування. Однак цей метод не має широкого використання, оскільки має ряд недоліків, таких як: неповне екстрагування діючих речовин, процес тривалий за часом, труднощі у створенні ефективних методів інтенсифікації дифузійного процесу, так як набрякла рослинна маса схильна до злежування в екстракторі [5]. Мацерацію використовували як метод порівняння. Широко ведуться дослідження, присвячені модифікації екстракційних процесів. Одним з таких методів є екстракція зі змінним тиском (ЕЗТ). Ця технологія ґрунтується на подвійній дії тиску – зниження тиску і перколяція біологічного матеріалу. Екстракцію здійснювали за кімнатної температури, і одержаний екстракт зберігає природні властивості та характеристики активних компонентів. Перевагами цього методу є прискорене одержання екстракту, попередньо очищеного екстракту, виключаються забруднення і окиснення в процесі екстракції. Екстракти цим методом одержували таким чином: наважку рослинної сировини вміщували в фільтраційний пакет, пакет вміщували в екстрактор і заливали розрахованою кількістю екстрагента. Замочування сировини тривало 60 хв (зразок № 3) і 30 хв (зразок № 4), потім здійснювали екстракцію упродовж 2 і 3 год відповідно.

Інтенсивність процесу екстракції можна пояснити ефективністю спільного впливу компресії–декомпресії та перколяції. Під час накладення надлишкового тиску

екстрагент проникає всередину рослинних клітин завдяки стисненню пухирців газу, що знаходяться в них, і розчиняє біологічно активні речовини. Під час зменшення тиску газ знову розширюється і витісняє з клітин утворений розчин. Під впливом перколяції частинки сировини омиваються екстрагентом, розчинені біологічно активні речовини конвективними потоками переносяться від частинок до всього об'єму екстрагента. Схему екстрактора наведено на рис. 1.

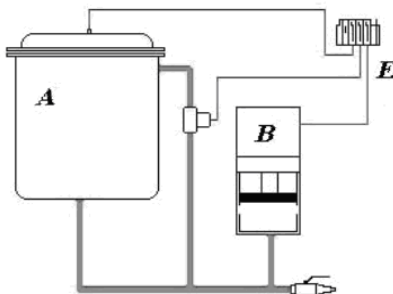


Рис. 1. Принципова схема екстрактора із змінним тиском на прикладі Timatic Micro 1.0:

A – екстракційна камера, *B* – активний шток, *E* – пневматичний клапан

До комплексних способів інтенсифікації процесу екстрагування відносять РПА, в яких активний гідродинамічний режим, механічні коливання широкого діапазону частот і інші явища поєднуються з одночасними механічними впливами на частинки дисперсної фази. Ці апарати поєднують в собі принципи роботи колоїдних млинів, дисмембраторів, насосів, змішувачів і екстракторів [6]. Це пов'язано з тим, що під час роботи РПА виникають: пульсація швидкостей потоку, турбулізація рідини, кавітаційні процеси і віджимання сировини (рис. 2).

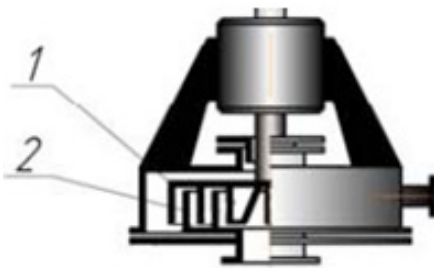


Рис. 2. Принципова схема РПА: 1 – ротор, 2 – статор

РПА-екстракцію здійснювали таким чином: розраховану кількість сировини, попередньо замоченої в етиловому спирті на 60 хв (зразок № 5) і 30 хв (зразок № 6), заливали відповідною кількістю екстрагента і виконували циркуляцію екстракту через РПА.

Як випливає з даних табл. 1, найбільший вихід фітостеринів та ізофлаваноїдів спостерігається за використання РПА. Відзначено, що вихід компонентів у разі екстракції цим методом становить на 48% більше, ніж за мацерації і на 30% більше, ніж за ЕЗТ. Тому цей метод було обрано як найбільш оптимальний. Переваги методу перед іншими полягають також у прискоренні часу екстракції і високій продуктивності.

**Порівнювальна оцінка одержаних олійних екстрактів плодів маклюри
помаранчевої**

Номер зразка	Метод екстракції	Час замочування, хв	Час екстракції	Температура, °С	Сума ізофлавонів, мг%	Сума фітостеринів, мг%
1	Мацерація	60	1 тиждень	25 ± 2	374,44	224,32
2	Мацерація	30	1 місяць	25 ± 2	466,26	270,35
3	ЕЗТ	60	120 хв	25 ± 2	597,03	348,67
4	ЕЗТ	30	180 хв	40 ± 2	611,95	351,82
5	РПА	60	10 хв	45 ± 2	871,26	511,48
6	РПА	30	20 хв	48 ± 2	883,05	515,94

Наступний етап нашої роботи полягав у пошуку найбільш оптимальних умов екстракції з використанням РПА. Було вивчено такі параметри: час екстрагування, ступінь подрібнення сировини, температурний режим екстракції, співвідношення «сировина–спирт» для замочування, час замочування сировини. Встановлено, що основна маса БАР екстрагується з сировини за використання РПА за перші 10 хв, збільшення часу екстрагування суттєво не впливає на ефективність екстракції (рис. 3). Вивчення впливу ступеня подрібнення сировини на процес екстракції дало змогу визнати найбільш оптимальним розміри частинок в межах 1–2 мм. Сам ступінь подрібнення сировини істотного впливу на вихід екстрактивних речовин не має, оскільки в процесі екстрагування сировина подрібнюється до розмірів зазору між ротором і статором. Однак збільшення розмірів частинок призводить до збільшення температури в процесі екстракції. За ступеня подрібнення 1–2 мм і часу екстрагування 10 хв, температура екстракту сягає 45–50 °С, що є оптимальним для одержання олійних витягів.

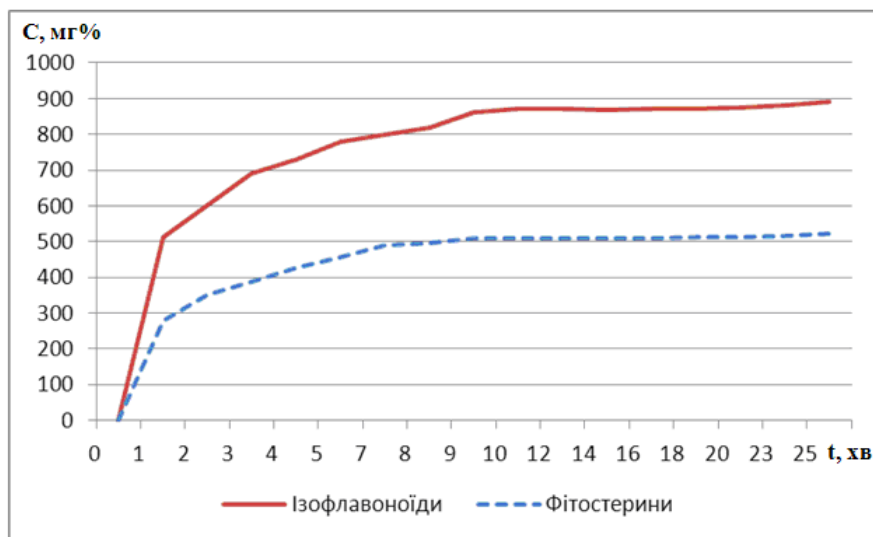


Рис. 3. Динаміка вивільнення біологічно активних речовин протягом часу за використання РПА

Найбільший вплив на вихід екстрактивних речовин в екстрагент надає попереднє замочування сировини в етанолі. У табл. 2 подано результати 5 зразків екстрактів, в яких варіювали співвідношення етанолу до сировини і загальний час замочування сировини. Найкращим співвідношенням «сировина:спирт», яке сприяє максимальному виходу ізофлавонів і фітостеринів є 1:0,75 і час замочування – 45 хв.

Порівнювальна оцінка умов процесу екстракції за допомогою РПА

Зразок	Сировина: спирт	Час замочування, хв	Час екстракції, хв	Сума ізофлаво- ноїдів, мг%	Сума фітостеринів, мг%
РПА 1	1: 0,25	120	10	614,56	356,08
РПА 2	1:0,5	60	10	706,06	418,44
РПА 3	1:0,75	45	10	911,41	532,32
РПА 4	1:1	30	10	876,00	512,44
РПА 5	1:1,25	20	10	884,26	511,37

Таким чином, найбільш оптимальна технологія одержання олійного екстракту з плодів маклюри складається з таких стадій: підготовка сухої сировини зі ступенем подрібнення 1–2 мм; підготовка соняшникової олії як екстрагента у співвідношенні 1:10; замочування сировини в 95%-му етанолі у співвідношенні 1:0,75 і витримування протягом 45 хв; екстрагування сировини за використання РПА упродовж 10 хв, збільшуючи швидкість обертання ротора до 50 об/с; відстоювання екстракту протягом доби; вакуумне фільтрування.

Одержаний готовий продукт являє собою світлу маслянисту рідину з жовто-зеленуватим відтінком і специфічним запахом. У результаті якісних досліджень одержаних олійних екстрактів методом ТПХ встановлено, що в них містяться ізофлавоноїди осайін і поміферін, до того ж останній міститься в переважній кількості, а також фітостерини лупеол та інші речовини схожої структури. Технологія одержання олійного екстракту з плодів маклюри була апробована в умовах виробничого цеху на базі ТОО «РНУТО-АРИНАРМ» (Казахстан) на виробничому РПА марки «Silverson».

Підводячи підсумки виконаної роботи, необхідно зазначити, що одержання екстракційних препаратів з лікарської рослинної сировини є сучасним і актуальним завданням фармацевтичної технології.

В и с н о в к и

1. У результаті досліджень для одержання олійного екстракту з плодів маклюри обрано метод екстракції за допомогою РПА як найоптимальніший.
2. Експериментально встановлено ефективні умови екстракції, розроблено основні стадії технології.
3. Здійснена якісна і кількісна оцінка одержаного олійного екстракту.

Л І Т Е Р А Т У Р А

1. Шиков А. Н., Макаров В. Г., Рыженков В. Е. Растительные масла и масляные экстракты: технология, стандартизация, свойства. – М.: Издат. Дом «Русский врач», 2004. – 263 с.
2. Вульф Е. В., Малаева О. Ф. Мировые ресурсы полезных растений. – Л.: Наука, 1969. – 366 с.
3. Коротков В. А., Кухтенко А. С. Выбор экстрагента к получению масляного экстракта плодов маклюры / Итоговая всеросс. студ. научная конф. с междунар. участием «Медицинская весна». Сб. науч. трудов. – М., 2013. – С. 226.
4. Saloua F, Eddine N. I., Hedi Z. Chemical composition and profile characteristics of Osage orange(*Maclura pomifera*) // Industr. Crops and Products. – 2009. – V. 29, N 1. – P. 1–8.
5. Букеева А. Б., Кудайбергенова С. Ж. Обзор современных методов выделения биоактивных веществ из растений // Вестн. ЕНУ им. Л. Н. Гумилева. – 2012. – № 2. – С. 192–197.

6. *Иванов О. С., Василишин М. С., Ахмадеев И. Р.* Интенсификация экстрагирования флавоноидов из шрота облепихи / Новые достижения в химии и химической технологии растительного сырья. – 2009. – С. 241.

Надійшла до редакції 22. 11. 2013.

В. А. Коротков, О. С. Кухтенко, С. В. Гладух
Национальный фармацевтический университет, г. Харьков

ВЫБОР ОПТИМАЛЬНОЙ ТЕХНОЛОГИИ ПОЛУЧЕНИЯ МАСЛЯНОГО ЭКСТРАКТА ПЛОДОВ МАКЛЮРЫ

Ключевые слова: маклюра, масляный экстракт, изофлавоноиды, фитостерины, роторно-пульсационный аппарат

АННОТАЦИЯ

Плоды маклюры оранжевой богаты такими липофильными веществами как изофлавоны, фитостерины, тритерпены, фосфолипиды, токоферолы, а также содержат широкий комплекс полиненасыщенных жирных кислот. Одним из эффективных способов извлечения липофильных веществ из растительного сырья является масляная экстракция. Растительные масла являются доступными и нетоксичными для организма человека экстрагентами.

Объектами исследования выступали плоды маклюры оранжевой, произрастающей в южном Казахстане, и их масляные экстракты. Для получения масляного экстракта плодов были использованы методы: мацерация, экстракция с переменным давлением, экстракция при помощи роторно-пульсационного аппарата.

Разработана оптимальная технология получения масляного экстракта из плодов маклюры. Установлены оптимальные условия экстракции. Проведена качественная и количественная оценка полученных экстрактов.

На основании проведенных исследований наиболее эффективным был признан метод с использованием роторно-пульсационного аппарата. Отмечено, что выход биологически активных веществ при экстракции этим методом составляет на 48% больше, чем при мацерации и на 30% больше, чем при экстракции с переменным давлением. Преимущества метода перед другими заключаются также в небольшом времени экстракции и высокой производительности. Подобраны оптимальные условия для этого метода и разработаны основные стадии технологии получения экстракта.

V. A. Korotkov, A. S. Kukhtenko, Y. V. Gladukh
National University of Pharmacy, Kharkiv

THE SELECTIONS OF OPTIMAL TECHNOLOGY OF MACLURA OIL EXTRACT PREPARATION

Key words: Maclura, oil extract, isoflavonoids, phytosterols, rotary-pulsation apparatus

ABSTRACT

The Osage orange fruits are rich with such lipophilic substances as isoflavones, phytosterols, triterpenes, phospholipids, tocopherols, and also they contain a wide range of polyunsaturated fatty acids. One of the most effective was to extract lipophilic substances from plant material is the oil extraction. Vegetable oils are affordable and non-toxic extractants to the human body.

The Osage orange fruits, grown in southern Kazakhstan, and their oil extractions were the objects of the study. There were used such methods as: maceration, extraction with alternative pressure, and rotary-pulsation apparatus extraction.

The optimal technology for the oil extraction from the Osage orange fruit is developed in this paper. The optimum extraction conditions are set. The qualitative and quantitative evaluation of the extracts is conducted.

On the basis of the research the method of using the rotary-pulsation apparatus extraction was recognized as the most effective. It is noted that the yield of BAS according to the method of extraction is 48% more than at the maceration and 30% more than at the extraction with alternative pressure. The advantages of this method over the other are also in a small time of extraction and high performance. The optimal conditions for this method are selected and the main stage technology of the extract was developed.

Електронна адреса для листування з авторами: farmacevt.vk@gmail.com