



## Реферат

Работа направлена на изучение изменения структуры пектина под влиянием ультразвуковых волн, как одного из методов модификации пектиновых веществ. Методами изучения являются определение реологических показателей, степени этерификации, комплексообразующей способности пектина.

Основными разделами являются:

- 1) Аналитический обзор;
- 2) Объекты и методы исследования;
- 3) Экспериментальная часть.

Аналитический обзор посвящен анализу основных характеристик пектина; описанию методов модификации и способов сушки пектиновых веществ.

В разделе объекты и методы исследования приведены методики проведения необходимых анализов, описаны установки для постановки опытов по воздействию ультразвука на пектин.

В экспериментальной части представлены данные, полученные в ходе экспериментов.

## Содержание

<b>1 Аналитический обзор</b> .....	5
<b>1.1 Физико-химические свойства пектина</b> .....	5
1.1.1 Степень этерификации.....	5
1.1.2 Комплексообразующая способность.....	5
1.1.3 Вязкость .....	6
<b>1.2 Пектиновые вещества в составе фармацевтических композиций</b> .....	7
<b>1.3 Методы модификации пектиновых веществ</b> .....	11
1.3.1 Химические методы.....	11
1.3.2 Биохимический метод.....	12
1.3.3 Физические методы.....	13
1.3.3.1 Электрокоагуляция.....	13
1.3.3.2 Гидростатическое давление и температура .....	13
1.3.3.3 СВЧ-излучение .....	14
1.3.3.4 Сушка с мгновенным контролируемым падением давления .....	14
1.3.3.5 Ультразвуковая обработка.....	14
<b>1.4 Способы сушки раствора пектина</b> .....	15
<b>2 Объекты и методы исследования</b> .....	17
<b>2.1 Методики анализа</b> .....	17
<b>2.2 Установки для проведения испытаний воздействия ультразвуком</b> .....	17
2.2.1 Ультразвуковой технологический аппарат.....	17
2.2.2 Установка для сушки в условиях кавитации .....	17
<b>3 Экспериментальная часть и обсуждение результатов</b> .....	19
<b>3.1 Обработка растворов пектина ультразвуком</b> .....	19
<b>3.2 Сушка растворов пектина с наложением ультразвуковых колебаний</b> .....	19
<b>3.3 Определение степени этерификации образцов пектина</b> .....	20
<b>3.4 Определение комплексообразующей способности пектина</b> .....	21
<b>3.5 Определение молекулярной массы образцов пектина</b> .....	22
<b>3.6 Определение кислотности образцов растворов пектина</b> .....	26
<b>3.7 Регрессионный анализ</b> .....	27
<b>3.8 Маркетинговое исследование препаратов БАД на основе пектина</b> .....	32
<b>Заключение</b> .....	35
<b>Список использованных источников</b> .....	36

## Введение

Пектиновые вещества являются высокомолекулярными полисахаридами, которые входят в состав межклеточных образований растительного сырья и состоят из остатков D-галактуроновой кислоты, этерифицированной метанолом [1]. Выделенные из растительного сырья пектиновые вещества обладают широким спектром лечебно-профилактических свойств, нормализуют работу желудочно-кишечного тракта и сердечнососудистой системы, обладают свойством коррекции липидного обмена.

Цель работы: проанализировать свойства пектиновых веществ, обуславливающие их использование как комплексообразователей в пищевой и фармацевтической промышленности; исследовать воздействие ультразвука на пектиновые растворы; определить влияние ультразвука на эффективность сушки пектиновых растворов.

Задачи:

- провести поиск информации о методах сушки и модификации пектиновых веществ;
- выполнить поиск препаратов (биологически активных добавок) на основе пектиновых веществ;
- произвести серию опытов по воздействию ультразвуковых волн на пектиновые вещества, а также, серию опытов по сушке пектиновых растворов в условиях ультразвукового влияния;
- определить основные физико-химические характеристики полученных образцов пектина;
- проследить зависимость изменения характеристик пектина от параметров воздействия ультразвука и сушки, сделать выводы.

# 1 Аналитический обзор

## 1.1 Физико-химические свойства пектина

### 1.1.1 Степень этерификации

Одним из главных определяющих показателей пектиновых веществ является степень этерификации (СЭ) – отношение этерифицированных карбоксильных групп к общему числу карбоксильных групп. СЭ определяет такие свойства пектина, как растворимость в воде, комплексообразующую способность [2].

Согласно принятой в отрасли классификации различают высокометоксилированные НМ (СЭ>50%), низкометоксилированные ЛМ (СЭ<50%) пектины и амидированный NH-пектин, полученный из ЛМ и НМ пектинов посредством замены гидроксильного радикала COOH группы на амидную группу NH<sub>2</sub> [3].

Все три вида пектина широко применяются в пищевой промышленности в зависимости от вида и консистенции целевого продукта. Так высокометоксилированный пектин используется для приготовления кондитерских изделий и в зависимости от температуры студнеобразования разделяется три типа: тип А – быстрой садки (применяется для производства фруктовых кисломолочных напитков и йогурта длительного хранения), тип Б – средней скорости садки (используется при приготовлении фруктовых начинок и джемов) и тип В – медленной садки (в основном применяется для приготовления мармелада, зефира и пастилы). Низкометоксилированный пектин благодаря своей способности образовывать комплексы с ионами кальция нашел применение в производстве термостабильных начинок, кисломолочных продуктов, молочных десертов и т. п. Амидированный пектин, обладая термообратимостью, т.е. способностью после повторного нагревания застывшей смеси, снова вернуться в застывшее состояние, входит в состав джемов, фруктовых наполнителей для йогуртов, варенья, кондитерских изделий и др. [3].

### 1.1.2 Комплексообразующая способность

Комплексообразующая способность (КС) – одно из важнейших свойств пектиновых веществ. Она характеризует способность пектина связывать ионы тяжелых металлов и выводить их из организма человека. В.В. Кондратенко и Т.Ю Кондратенко в своей работе утверждают, что сорбционные свойства пектина напрямую зависят от его молекулярной массы: с увеличением молекулярной массы увеличивается комплексообразующая способность [4].

Способность пектина образовывать комплексы с токсичными металлами используется в медицинской практике для создания эффективных энтеросорбентов.

Комплексообразующая способность (КС) пектина зависит от количества свободных и этерифицированных карбоксильных групп или от степени этерификации (СЭ), в связи с этим низкоэтерифицированные пектины имеют преимущество для связывания с ионами поливалентных металлов (рисунок 1.1) [5].

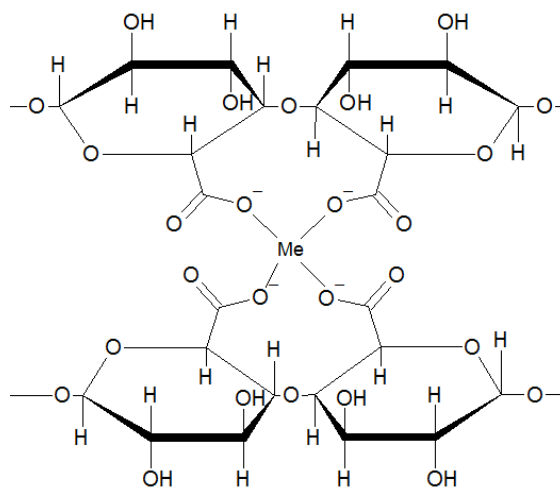


Рисунок 1.1 – Структура комплекса пектина с катионами металлов

### 1.1.3 Вязкость

Решающее значение для практического применения пектинов в пищевой промышленности имеет их повышенная вязкость, которая является одним из характерных свойств водных растворов пектиновых веществ, являющихся лиофильными коллоидами. Молекулы пектина в растворе легко ассоциируются друг с другом или с крупными молекулами сопутствующих веществ. Молекулы пектина в воде подвергаются сольватации, вокруг них образуется жидкостный слой, более плотный в первых слоях и рыхлый в участках, удаленных от частиц пектина. Взаимное расположение пектиновых молекул в оводненных структурах может изменяться в широких пределах в зависимости от химической природы растворителя, влияя на вязкость раствора [1].

Вязкость водных растворов пектинов зависит от различных факторов: массовой доли, длины молекулярной цепи, степени этерификации, присутствия электролитов и температуры. С увеличением молекулярной массы пектина при прочих равных условиях вязкость увеличивается. Исследования, проведенные с пектиновыми веществами различной степени этерификации, показали, что при рН 6...7 вязкость максимальная, при рН 4 — минимальная.

В интервале рН 3,5...8,0 пектиновый раствор ведет себя как раствор пучков элементарных фибрилл. При добавлении небольших количеств NaCl в растворы пектина вязкость

раствора сначала заметно снижается, а затем принимает постоянное значение для любого образца пектина. Увеличение вязкости является обязательным при формировании пространственных агрегатов между пектиновыми молекулами. Это свойство пектиновых веществ используют в производстве плодоовощных консервированных продуктов, имеющих густую вязкую консистенцию (томатные, овощные, фруктовые соусы), которая достигается в традиционных технологиях увеличением концентрации либо собственных сухих веществ — увариванием или добавлением сахара (повидло, джемы, желе) [1].

## 1.2 Пектиновые вещества в составе фармацевтических композиций

Выделенные из растительного сырья пектиновые вещества обладают широким спектром лечебно-профилактических свойств (рисунок 1), нормализуют работу желудочно-кишечного тракта и сердечнососудистой системы, обладают свойством коррекции липидного обмена.

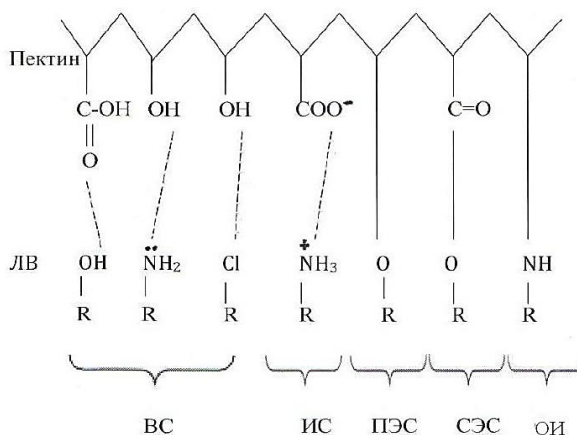


Рисунок 1.2 – Лечебно-профилактические свойства пектина

Возможности применения пектина в биомедицинских целях основаны на его сорбционных свойствах и рассмотрены многими авторами [6-12]. В водных растворах пектин образует мисцеллы больших размеров с многочисленными внутренними полостями в виде спиралей или других сложных межмолекулярных образований. Внутри этих структур образуются каналы, которые могут заполняться молекулами ЛВ. Образование этих связей способствует биодоступности ЛВ, снижает негативное воздействие их на организм человека.

Согласно исследованиям Хайруллиной Р.Р. образование водородных,

сложноэфирных, ионных и некоторых других связей с молекулами ЛВ возможно благодаря наличию в структуре пектина свободных карбоксильных и большого количества гидроксильных групп (рисунок 1.3) [6].



BC – водородные связи; IC – ионная связь; ПЭС – простая эфирная связь; СЭС – сложная эфирная связь; ОИ – образование аминов; R – остаток ЛВ (алифатический и ароматический)

Рисунок 1.3 – Формы связи пектина с ЛВ в пектиновых композициях

Касымова Г.Ф. с соавторами разработали систему носителей лекарственных веществ (ЛВ) в виде гидрогелевых микросфер на основе пектина и белка кукурузы – зеина [7]. В работе [8] для повышения биодоступности противотуберкулезных препаратов и пролонгирования их действия предлагается использовать пектиновую матрицу с последующим нанесением полиэлектролитных мультислоев из хитозана и декстрансульфата.

Новосибирскими учеными установлено, что кроме непосредственной доставки молекул ЛС, пектин способен усиливать абсорбцию гидрофильных веществ через клеточные каналы эпителия кишечника [13]. Исследования Маркова П.А. показывают, что пектиновые гидрогели после специальной обработки, повышающей их устойчивость в условиях ЖКТ, могут успешно использоваться в качестве матрицы для адресной доставки ЛС в толстый кишечник [9].

Пектиновые вещества рассматриваются и как самостоятельное лекарственное средство, которое имеет потенциал использования при лечении онкологических заболеваний [14, 15].

Способность пектина образовывать комплексы с токсичными металлами используется в медицинской практике для создания эффективных энтеросорбентов.



Пектиновые полисахариды с низкой степенью этерификации по своей медьсвязывающей активности значительно превосходят активированный уголь и могут быть

использованы в качестве энтеросорбентов при комплексной терапии отравлений тяжелыми металлами, а также в качестве лечебно-профилактической пищевой добавки [10]. В этой связи интересны пектиновые комплексы с серебром, которые имеют потенциал использования как бактерицидное средство при лечении инфекционных заболеваний слизистых оболочек [11]. Перспективы для создания эффективных препаратов для профилактики и лечения микроэлементозов имеют водорастворимые металлокомплексы [12].

Пектиновые гели легко подвергаются модификации, они содержат много связанной воды, способны иммобилизовать клетки, белки, гены. Благодаря этим свойствам существуют перспективы использования пектина для получения биоматериалов на его основе [16-19].

Пектиновые гели находят свое применение в биомедицине: целевая доставка лекарственных веществ, тканевая инженерия, генная доставка и заживление ран [20-23].

При пероральном введении пектин выступает в качестве защиты от преждевременного метаболизма для веществ, находящихся в его матрице. Как правило, в роли таких веществ выступают различные полипептиды, высвобождение которых начинается только в толстой кишке после того, как матрица пектина начинает деградировать под воздействием кишечной микрофлоры. Ферментативное разложение пектина в толстой кишке усиливается при наличии ионов кальция и уменьшается при повышении степени этерификации полимера (НМ-пектин). При пероральном введении у композиций, содержащих пектин, есть один недостаток, они могут набухать в физиологических условиях, что может привести к преждевременному высвобождению БАВ. Для минимизирования этого нежелательного эффекта в такие композиции дополнительно добавляют другие полимеры: гидроксипропилметилцеллюлозу, зеин или акриловые полимеры [13].

Интраназальный путь доставки БАВ с помощью пектина рассматриваются как альтернатива инъекционным способам, поскольку слизистая в обоих случаях имеет высокую степень васкуляризации, отсутствует эффект первого прохождения через печень, что в совокупности способствует быстрому проникновению молекул БАВ в системный кровоток. Мукоадгезивные свойства пектина во многом зависят от его молекулярной массы, вязкости, местного рН и функциональных групп в структуре полимера. Кроме непосредственной доставки молекул БАВ, пектин способен усиливать их абсорбцию путем

открытия плотных клеточных контактов в эпителии. Этим путем могут проникать в системный кровоток лекарства, для которых возможен парацеллюлярный транспорт; как правило, это гидрофильные молекулы [13].

Описанные научные исследования позволяют сделать вывод, что разработки в данной области являются перспективными; пектиновые структуры могут зарекомендовать себя как высокоэффективные средства доставки БАВ и ЛС за счет своих свойств.

Также был проведен патентный поиск по теме. Известны способы получения нанокапсул ЛС и БАВ в пектине с ядром в качестве бетулина [24], аргинина [25], экстракта хлореллы [26], фенбедазола [27], семян чиа [28], резвератрола [29], настойки эхинацеи [30], настойки боярышника [31], экстракта зеленого чая [32]. Для получения нанокапсул в качестве ядра используют ЛС или БАВ, в качестве оболочки – яблочный или цитрусовый пектин.

Известны способы получения пектиновых сфер (средства доставки мультичастиц [33]), комплексов с ЛС и БАВ (комплекс пектинового биополимера с ацетилсалициловой кислотой [34]). Также известны способы получения пектиновой матрицы (композиция-матрица [35], комбинация ЛС и матрицы из пектина [36]). Матрицу получают путем модификации пектина (получения соли пектата кальция) и дальнейшей сорбцией на нем ЛС или БАВ.

На основании аналитического исследования (в патентных базах, базах поиска статей и упоминаний об имеющихся в промышленном производстве БАД и ЛС) была составлена схема (рисунок 1.4)



Рисунок 1.4 – Схема, описывающая направления производства БАД на основе пектина

Из рисунка 1.4 видно, что производства нанокапсул и матричных комплексов для доставки БАВ на основе пектина являются перспективными направлениями, которые требуют доработок, испытаний.

### 1.3 Методы модификации пектиновых веществ

Различные методы модификации нацелены на изменение структуры и, соответственно, свойств пектинов, которые можно более эффективно использовать в пищевой и фармацевтической промышленности.

#### 1.3.1 Химические методы

Низкоэтерифицированные пектины получают путем деполимеризации природных высокомолекулярных пектинов. Известны кислотный и щелочной способы модификации. В научных статьях описывают процесс деэтерификации с помощью минеральных кислот (азотная, соляная) и основания (гидроксид аммония) (таблица 1.1) [37].

Таблица 1.1 – Свойства пектинов, модифицированных в различных условиях [36].

Кислота	Концентрация, моль/л	Время, ч	Т, °С	Уронидная составляющая, %	Содержание функциональных групп, %		СЭ, %
					COOH	COOCH <sub>3</sub>	
HNO <sub>3</sub>	1,44	48	40	63,9	9,18	8,45	47,9
	0,72	24		51,9	5,66	8,11	58,9
	1,20	24		64,6	8,11	9,77	54,6
	0,96	48	50	63,3	9,29	8,37	47,4
	1,40	24		63,7	10,02	8,34	45,5
HCl	1,37	24		64,1	11,26	5,87	34,4
NH <sub>4</sub> OH	1,00	2	2	66,9	7,60	9,60	56,0
	1,00	3	7	50,3	8,90	5,10	36,4
	1,00	1	7	61,5	7,80	8,50	52,0

По таблице 1.1 видно, что при помощи воздействия кислот и основания на пектин содержание карбоксильных групп может быть повышено с 2-4 % до 7-12 %, а степень этерификации может быть понижена до 34,4 % (низкометоксилированный пектин) [37].

Преимуществом щелочного метода является высокая скорость прохождения процесса и низкая температура, но дает большой разброс молекулярных масс пектина в продукте, а выделившаяся галактуронозная кислота малоустойчива в щелочной среде и легко распадается с образованием ненасыщенных, сильноокрашенных соединений [1].

### 1.3.2 Биохимический метод

Биохимический метод модификации основан на ферментативном гидролизе сложноэфирных связей в молекуле пектина.

Ферменты обладают огромным потенциалом для создания новых биопродуктов пектина эффективным и экологически чистым способом. Ферментные технологии имеют ряд преимуществ перед традиционными химическими подходами, такими как работа в мягких условиях температуры и pH, высокая эффективность и специфичность к субстрату. В настоящее время ферменты, модифицирующие углеводы, широко используются в ряде процессов (таблица 1.2) [38].

Таблица 1.2 – Некоторые ферменты, коммерчески используемые при переработке углеводных субстратов [38].

Продукты переработки	Ферменты
Крахмал и алкогольная продукция	Различные амилазы, пуллуланаза, глюкозоизомераза
Текстиль, бумага и целлюлоза	Целлюлазы, ксиланазы, амилазы, пектиназы
Молочные продукты, выпечка и напитки	$\beta$ -галактозидаза, глюкозооксидаза, амилазы, пектиназы

Известен способ модификации пектина с помощью пектинэстеразы. Авторы статьи [39] описывают проведенный опыт по деэтерификации пектина ферментом. Для этого повысили степень этерификации исследуемого образца пектина метанолом до 94,7 %. Далее образец обработали пектинэстеразой до определенного значения СЭ, определили вязкость пектина, провели опыт образования пектатов кальция и определили активность оставшихся ионов кальция в растворе. Результаты опытов отражены в таблице 1.3.

Таблица 1.3 – Результаты деэтерификации пектина пектинэстеразой [39]

Номер образца	СЭ, %	Предельное число вязкости, мл г <sup>-1</sup>	Активность Ca <sup>2+</sup>
1	94,7	147	-
2	63,4	129	0,191 ± 0,003
3	52,1	115	0,143 ± 0,009
4	37,7	140	0,094 ± 0,019

По таблице 1.3 видно, что СЭ пектина понизилась после обработки пектинэстеразой. Также понизилась активность остаточных ионов кальция в растворе, что говорит о повышении комплексообразующей способности пектина (повышение содержания свободных карбоксильных групп) [39].

### 1.3.3 Физические методы

#### 1.3.3.1 Электрокоагуляция

Процесс производства пектина состоит из двух основных этапов: гидролиза-экстрагирования пектиновых веществ из клеточной стенки в раствор и осаждения пектина из раствора. В промышленности применяются различные способы осаждения пектина из экстракта: с помощью полярного органического растворителя (спирт, ацетон) или солей поливалентных металлов [2]. Известен способ осаждения пектина в импульсном вращающемся электрическом поле [37]. Данный способ основан на вращении пектиновых молекул, являющихся диполями, их дегидратации и последующей коагуляции. Автором работы [37] был проведен ряд экспериментов по осаждению пектина из экстрактов мезги и яблочной кожуры. Результаты исследований закономерностей изменения уронидной составляющей и степени этерификации пектинов в зависимости от частоты следования импульсов во вращающемся электрическом поле приведены в таблице 1.4.

Таблица 1.4 – Аналитические характеристики молекул пектина в зависимости от частоты следования импульсов во вращающемся электрическом поле [37].

Вид пектинового экстракта	Показатель	Частоты следования импульсов, кГц			
		f = 15 кГц	f = 20 кГц	f = 25 кГц	f = 30 кГц
Пектиновый раствор, экстрагированный из мезги	Уронидная составляющая, %	67,1	60,9	45,2	37,3
	СЭ, %	43	37	31	35
Пектиновый раствор, экстрагированный из яблочной кожуры	Уронидная составляющая, %	70,0	66,8	65,2	63,5
	СЭ, %	50	52	41	47

Из таблицы 1.4 видно, что пектины, осажденные во вращающемся электрическом поле из пектинсодержащих экстрактов, имеют низкое содержание этерифицированных карбоксильных групп, а, следовательно, и степень этерификации.

#### 1.3.3.2 Гидростатическое давление и температура

Известны методы воздействия высокого гидростатического давления на полимеры для улучшения технологических свойств [41]. Эта технология используется как альтернатива ферментативным и химическим методам модификации. Авторы работы [41] провели исследование, в котором выяснилось, что после воздействия высокого гидростатического давления и температуры на раствор пектиновых веществ содержание растворимых пектинов увеличилось с 7 % до 14 %.

### 1.3.3.3 СВЧ-излучение

Микроволновый нагрев используют для экстракции пищевых волокон [42]. Механизм экстракции с помощью СВЧ-излучения заключается в быстром повышении температуры, снижении вязкости, происходит перестановка зарядов в молекулах полимеров. Таким образом, микроволновое излучение способно вызывать гидролиз гемицеллюлозы, частичную деполимеризацию полисахаридов (уменьшение молекулярной массы). При обработке пектиновых веществ СВЧ-излучением повышается содержание галактуроновой кислоты, увеличивается степень этерификации [42].

### 1.3.3.4 Сушка с мгновенным контролируемым падением давления

Сушка с мгновенным контролируемым падением давления представляет собой комбинацию высокотемпературной кратковременной обработки и падения давления [43]. В настоящее время эта технология применяется для сушки, модификации структуры сырья сельхозпродукции.

В работе [43]. было показано, что воздействие высокого давления и температуры приводит к термосолюбилизации и деполимеризации молекул пектина. В то же время, функциональные группы пектина (-COOH, -OH и др.) не претерпевали изменений.

### 1.3.3.5 Ультразвуковая обработка

Воздействие ультразвука на биополимеры приводит к деградации их молекул. Так, деградация крахмала в поле ультразвуковых волн приводит к образованию декстринов [44].

Авторы работы [42] приводят пример обработки гемицеллюлоз и других пищевых волокон ультразвуком. В результате нерастворимые доли полимеров переходят в растворимые за счет разрыва гликозидных связей (уменьшения молекулярной массы) [42].

Предполагается, что деградация молекулы пектина также может происходить под влиянием ультразвука. При этом возможно разрушаются гликозидные связи с образованием более коротких молекул, разрушаются сложноэфирные связи, что повышает комплексообразующую способность пектина, и понижает степень этерификации (рисунок 1.6).

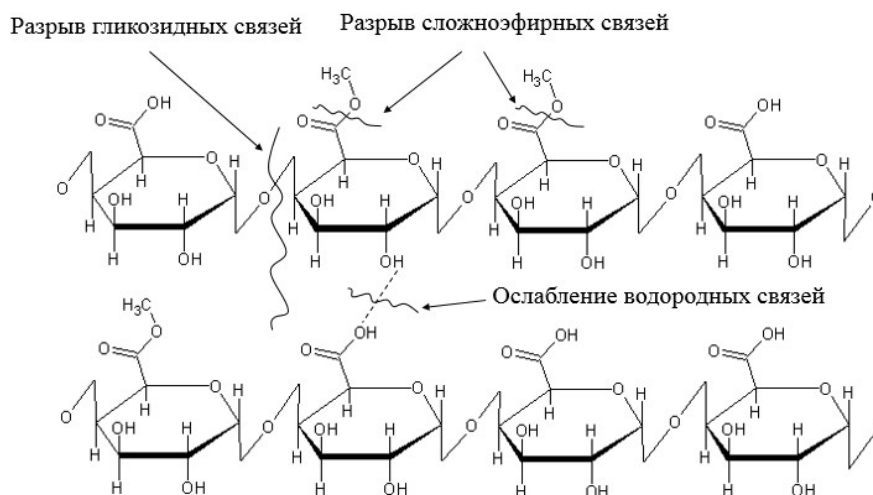


Рисунок 1.6 – Дegradация пектиновой макромолекулы

Проверкой данной гипотезы будет являться проведение серии экспериментов по воздействию ультразвуковых волн на растворы пектина.

#### 1.4 Способы сушки раствора пектина

Сушка пектиновых веществ осложнена тем, что температурное воздействие на пектины, являющиеся высокомолекулярными соединениями, приводит к частичной деструкции пектиновых макромолекул. Это обуславливает снижение основных качественных показателей товарного пектина – его студнеобразующую способность и лечебно-профилактические возможности [45].

Были рассмотрены основные способы сушки растворов пектина (таблица 1).

Таблица 1.1 – Способы сушки растворов пектина [46]

Способ сушки	Особенности	Достоинства	Недостатки
На воздухе	Атмосферное давление, средняя температура 20-25 °С	Минимальные затраты энергии	Продолжительность процесса
В термостате	Атмосферное давление, средняя температура 45 °С		
Под вакуумом	Пониженное давление, температура 50 °С		

Как видно из таблицы 1.1 основным недостатком способов сушки растворов пектина является продолжительность процесса. По мнению ряда авторов, наиболее эффективным способом высушивания термолабильных веществ является наложение ультразвуковых колебаний [47]. Эффективность данного способа в отношении термочувствительных

веществ заключается в ускорении процесса сушки на 24-26% при снижении энергетических затрат на 8-11% и сохранении первичных полезных качеств продукта. Е.И. Верболоз и О.И. Николук обосновывают выбор ультразвуковой сушки тем, что ультразвуковые колебания вызывают уменьшение вязкости жидкости, способствующее ускоренному перемещению влаги к поверхности раздела фаз [48].



## 2 Объекты и методы исследования

Объектом исследований служил коммерческий яблочный пектин («Andre Pectin», Yantai, China).

### 2.1 Методики анализа

Описание методик анализа приведено в таблице 2.1.

Таблица 2.1 – Методики анализа

Методика	Ссылки на литературу
Определение комплексообразующей способности пектина	Комплексонометрическое титрование [49]
Определение степени этерификации пектина	Титрование по ГОСТ 29186-91 «Пектин. Технические условия»
Определение молекулярной массы и степени полимеризации пектина	Вискозиметрический метод [50]
Определение кислотности 1 % раствора пектина	Титрование по ГОСТ 5898-87 «Изделия кондитерские. Методы определения кислотности и щелочности»

### 2.2 Установки для проведения испытаний воздействия ультразвуком

#### 2.2.1 Ультразвуковой технологический аппарат

Обработку растворов ультразвука проводили с помощью ультразвукового аппарата «ВОЛНА», модель УЗТА-0,4/22-ОМ. Основные технические характеристики аппарата отражены в таблице 2.2.

Таблица 2.2 – Основные технические параметры ультразвукового аппарата «ВОЛНА», модель УЗТА-0,4/22-ОМ

Наименование параметра	Значение
Потребляемая мощность, Вт	100
Частота ультразвуковых колебаний, кГц	22 ± 1,65
Интенсивность ультразвукового воздействия, Вт/см <sup>2</sup>	10
Время непрерывной работы, ч	8
Диаметр рабочего инструмента, мм	25

#### 2.2.2 Установка для сушки в условиях кавитации

Для проведения опытов по сушке пектиновых растворов с ультразвуковым воздействием была использована установка (рисунок 2.1).



Рисунок 2.1 – Бункер-сушилка SHINI SHD-25 оснащенная ультразвуковым аппаратом

Для наложения ультразвуковых колебаний использовался ультразвуковой аппарат (рисунок 2.2).

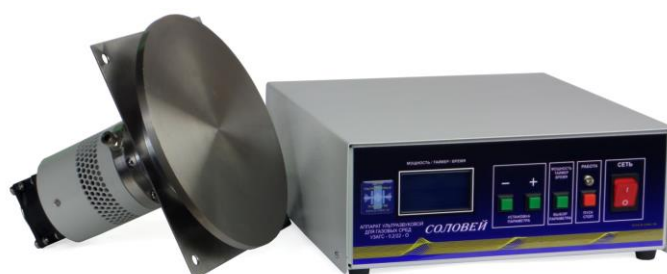


Рисунок 2.2 – Ультразвуковой аппарат «СОЛОВЕЙ», модель УЗАГС-0,2/22-О

Основные технические характеристики ультразвукового аппарата приведены в таблице 2.3.

Таблица 2.3 – Основные технические параметры ультразвукового аппарата «СОЛОВЕЙ», модель УЗАГС-0,2/22-О

Наименование параметра	Значение
Потребляемая мощность, Вт, не менее	200
Частота колебаний, кГц	22±0,5
Максимальный уровень звукового давления (1 м), дБ	140
Размер излучателя, мм	Ø190

### 3 Экспериментальная часть и обсуждение результатов

#### 3.1 Обработка растворов пектина ультразвуком

Для проведения опытов приготовили 2 % раствор пектиновых веществ. Обработку ультразвуковыми волнами проводили в соответствии со схемой (таблица 3.1).

Таблица 3.1 – Схема проведения опытов УЗ-обработки

№ опыта	Мощность P, Вт	Время t, мин	Объем раствора пектина V, мл
1	100	2	75
2	100	5	75
3	100	10	75
4	100	15	75

УЗ-обработку проводили в химическом стакане объемом 100 мл. При УЗ-воздействии раствор пектина разогревался, поэтому стакан помещали в тару со льдом. После УЗ-воздействия температура раствора пектина не превышала 66 °С.

#### 3.2 Сушка растворов пектина с наложением ультразвуковых колебаний

Для определения эффективности сушки был приготовлен 3%-ый раствор пектина и помещен в металлическую кювету, установленную в нижней части сушильной камеры. Над кюветой на высоте 400 мм размещен дисковый излучатель ультразвуковых колебаний. Процесс высушивания проводили до постоянной массы образующегося осадка пектина при температуре не более 70 °С. Контрольный опыт проводили в аналогичных условиях, без воздействия ультразвука. Изменение массы раствора в процессе высушивания представлено в виде графиков на рисунке 3.1.

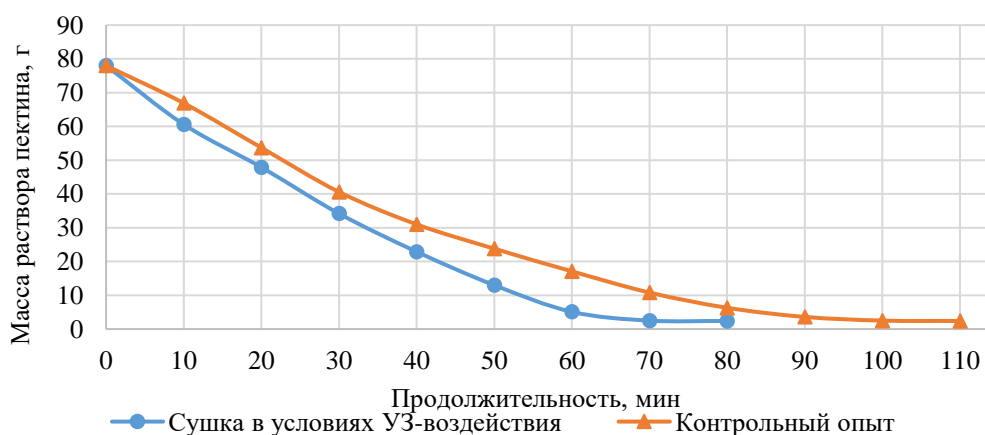


Рисунок 3.1 – График зависимости массы пектиновых растворов от продолжительности высушивания

Из графиков рисунка 3.1 видно, что время сушки с наложением ультразвуковых колебаний сокращается по сравнению с контрольным опытом на 27 %. Эффективность ультразвуковой сушки подтверждается расчетом расхода электроэнергии, потребляемой сушильной установкой: энергопотребление при высушивании в условиях кавитации меньше, чем при сушке без использования ультразвука на 21%.

### 3.3 Определение степени этерификации образцов пектина

Степень этерификации определяли следующим образом. Из 2 % раствора пектина готовили 0,5%-ный раствор. Далее его титровали 0,1 н раствором гидроксида натрия в присутствии шести капель смешанного индикатора до розового окрашивания, не исчезающего в течение 30 с. Учитывали объем израсходованного раствора гидроксида натрия ( $V_1$ ). Затем прилили 50 см<sup>3</sup> того же раствора гидроксида натрия, плотно закрыли колбу и оставили на 1 ч для омыления этерифицированных карбоксильных групп. После этого к раствору прибавили 50 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, а её избыток вновь оттитровали раствором гидроксида натрия ( $V_2$ ). Степень этерификации ( $\Theta$ ) рассчитали по формуле

$$\Theta = \frac{V_2}{V_1 + V_2} \cdot 100 \quad (3.1)$$

Результаты опытов приведены в таблице 3.2

Таблица 3.2 – Степень этерификации образцов пектина

Режимы УЗ-обработки	$V_1$ , см <sup>3</sup>	$V_2$ , см <sup>3</sup>	Степень этерификации, %
Контрольный образец	4,15	12,25	74,7
P = 100 Вт, t = 2 мин	4,20	12,25	74,5
P = 100 Вт, t = 5 мин	4,15	12,30	74,8
P = 100 Вт, t = 10 мин	4,35	12,25	73,8
P = 100 Вт, t = 15 мин	3,80	15,10	79,9

Из таблицы 3.2 видно, что степень этерификации пектина претерпела значительные изменения после 10 и после 15 минут УЗ-обработки.

### 3.4 Определение комплексообразующей способности пектина

Для исследования комплексообразующих свойств образцов пектина проводили анализ его связывающей способности. Связывающую способность пектина рассчитывали по формуле и определяли по проценту связывания металла.

В колбу с коническим дном 250 мл помещали рабочий раствор уксуснокислого свинца 0,1 М в количестве 30 мл, добавляли 25 мл пектинодержавшего раствора. Далее отфильтровывали полученный осадок на воронке Бюхнера под вакуумом водоструйного насоса. Осадок несколько раз промыли дистиллированной водой. Фильтрат и промывные воды соединяли и доводили до метки дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 250 мл. Далее соединяли 2 мл аммиачного буфера, аликвоту 10 мл полученного раствора с 1 мл 1%-ного раствора эриохрома черного Т. После этого титровали полученный раствор 0,01 моль/л раствором этилендиаминтетраацетата (ЭДТА).

По формуле рассчитывали связывающую способность (СС) и оценивали её по проценту связывания металла:

$$CC = \frac{A1-A2}{A1} 100\% \quad (3.2)$$

где A1 – общая масса металла, г;

A2 – масса оставшегося в растворе металла, г.

Величины A1 и A2 в данном уравнении рассчитываются по результатам титриметрических испытаний по следующим формулам:

$$A1 = \frac{C1 \cdot V1 \cdot M}{1000} \quad (3.3)$$

$$A2 = \frac{C2 \cdot 250 \cdot V_{cp} \cdot M}{1000 \cdot V2} \quad (3.4)$$

где C1 – концентрация исходного раствора металла, моль/л;

C2 – концентрация раствора ЭДТА, моль/л;

V1 – исходный объем раствора металла, мл;

V2 – аликвотный объем фильтрата, взятый для титрования, мл;

V<sub>cp</sub> – средний объем ЭДТА, пошедший на титрование, мл;

M – молекулярная масса металла, г/моль.

Результаты расчетов отражены в таблице 3.3.

Таблица 3.3 – Комплексообразующая способность образцов пектина

Режимы УЗ-обработки	КС, %
Контрольный образец	11,29
P = 100 Вт, t = 2 мин	11,09

P = 100 Вт, t = 5 мин	11,01
P = 100 Вт, t = 10 мин	10,72
P = 100 Вт, t = 15 мин	10,47

Из таблицы 3.3 видно, что комплексообразующая способность уменьшается от УЗ-воздействия (с 11,29 до 10,47 % за 15 минут).

### 3.5 Определение молекулярной массы образцов пектина

Реологические показатели пектина определяли вискозиметрическим методом, сущность которого заключается в измерении продолжительности прохождения определенного объема растворов пектина через капилляр вискозиметра Оствальда.

Удельную вязкость  $\eta_{уд}$  растворов пектина определяли путем измерения времени протекания такого же объема воды через тот же капилляр вискозиметра Оствальда. Приведенную вязкость  $\eta_{прив}$  рассчитали как отношение удельной вязкости к концентрации раствора (С, %). Результаты реологических исследований представлены в таблицах 3.4 – 3.8.

Таблица 3.4 – Реологические показатели контрольного образца

Номер опыта	С, %	$\tau$ , с	$\eta_{уд}$	$\eta_{прив}$
H <sub>2</sub> O (контроль)	-	32,6	-	-
1	0,5	121,45	2,73	5,46
2	0,4	101,92	2,13	5,33
3	0,3	83,43	1,56	5,20
4	0,2	67,84	1,08	5,40
5	0,1	51,51	0,58	5,8

Таблица 3.5 – Реологические показатели образца, обработанного ультразвуком в течение 2-х минут

Номер опыта	С, %	$\tau$ , с	$\eta_{уд}$	$\eta_{прив}$
1	0,5	76,35	1,34	2,68
2	0,4	67,60	1,07	2,68
3	0,3	56,09	0,72	2,40
4	0,2	48,09	0,48	2,40
5	0,1	39,41	0,21	2,10

Таблица 3.6 – Реологические показатели образца, обработанного ультразвуком в течение 5-ти минут

Номер опыта	С, %	$\tau$ , с	$\eta_{уд}$	$\eta_{прив}$
1	0,5	71,42	1,19	2,38
2	0,4	60,94	0,87	2,18
3	0,3	53,83	0,65	2,17

4	0,2	45,88	0,41	2,05
5	0,1	38,51	0,18	1,80

Таблица 3.7 – Реологические показатели образца, обработанного ультразвуком в течение 10-ти минут

Номер опыта	C, %	$\tau$ , с	$\eta_{уд}$	$\eta_{прив}$
1	0,5	63,89	0,96	1,92
2	0,4	56,05	0,72	1,80
3	0,3	49,35	0,51	1,70
4	0,2	42,94	0,32	1,60
5	0,1	36,77	0,13	1,30

Таблица 3.8 – Реологические показатели образца, обработанного ультразвуком в течение 15-ти минут

Номер опыта	C, %	$\tau$ , с	$\eta_{уд}$	$\eta_{прив}$
1	0,5	54,25	0,66	1,32
2	0,4	48,18	0,48	1,20
3	0,3	45,05	0,38	1,27
4	0,2	39,07	0,20	1,00
5	0,1	34,62	0,06	0,60

Графическим способом была определена характеристическая вязкость, представляющая собой приведенную вязкость при бесконечно большом разбавлении раствора, что показано в виде графиков на рисунках 3.2-3.4.

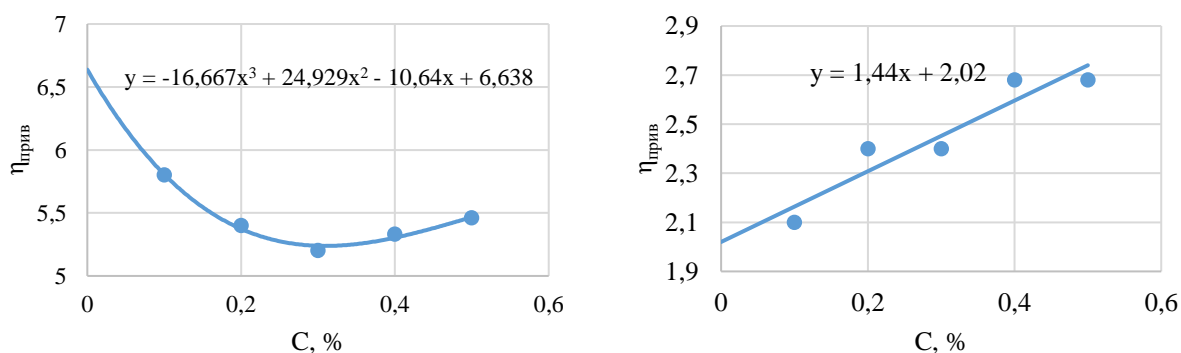
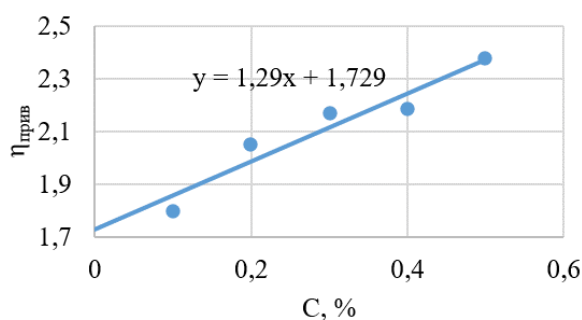
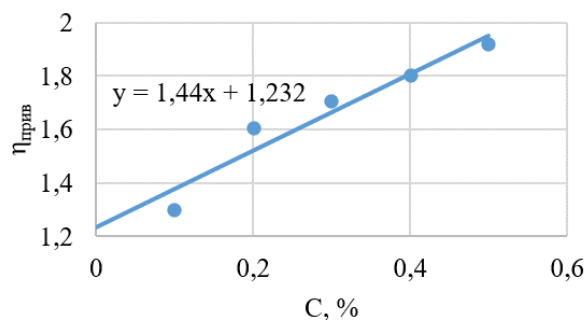


Рисунок 3.2 – График зависимости приведенной вязкости от концентрации растворов контрольного образца пектина



а



б

Рисунок 3.3 – График зависимости приведенной вязкости от концентрации растворов образцов пектина, обработанных ультразвуком в течение 5-ти минут (а) и 10-ти минут (б)

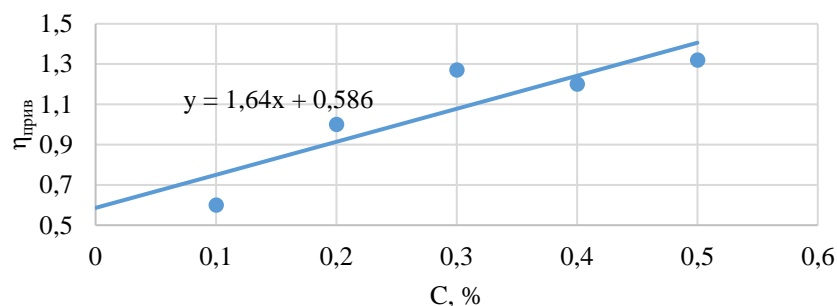


Рисунок 3.4 – График зависимости приведенной вязкости от концентрации растворов образца пектина, обработанного ультразвуком в течение 15-ти минут

Также были определены реологические показатели образцов пектина, полученных сушкой их растворов без наложения и с наложением ультразвуковых колебаний (таблицы 3.9-3.10).

Таблица 3.9 – Реологические показатели образца пектина, полученного из его раствора сушкой с наложением ультразвуковых колебаний

Номер опыта	$C, \%$	$\tau, \text{с}$	$\eta_{\text{уд}}$	$\eta_{\text{прив}}$
1	0,5	124,91	2,83	5,66
2	0,4	106,52	2,27	5,68
3	0,3	84,80	1,60	5,33
4	0,2	69,58	1,13	5,65
5	0,1	52,45	0,61	6,1

Таблица 3.10 – Реологические показатели образца пектина, полученного из его раствора сушкой без наложения ультразвуковых колебаний

Номер опыта	$C, \%$	$\tau, \text{с}$	$\eta_{\text{уд}}$	$\eta_{\text{прив}}$
-------------	---------	------------------	--------------------	----------------------



1	0,5	127,51	2,91	5,82
2	0,4	106,93	2,28	5,70
3	0,3	87,37	1,68	5,60
4	0,2	70,42	1,16	5,80
5	0,1	52,49	0,61	6,12

Графическим способом была определена характеристическая вязкость (рисунки 3.5-3.6).

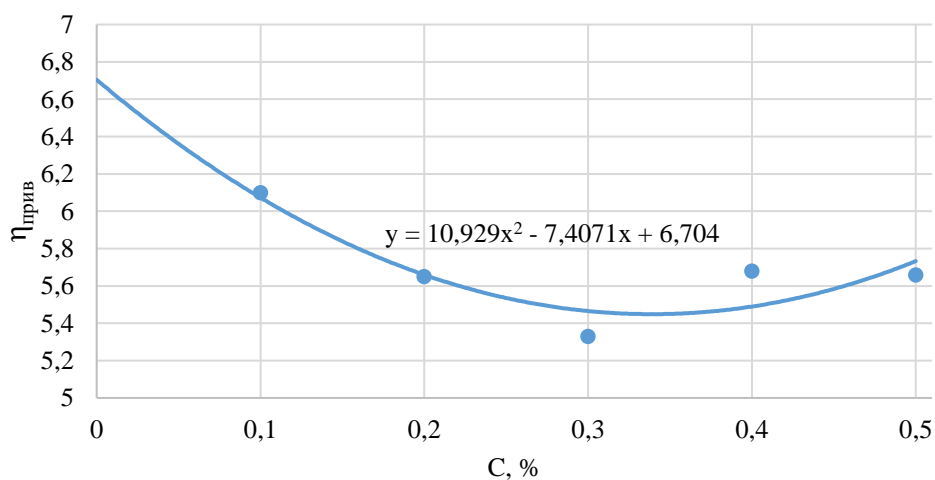


Рисунок 3.5 – График зависимости приведенной вязкости от концентрации растворов образца пектина, полученного из его раствора сушкой с наложением ультразвуковых колебаний

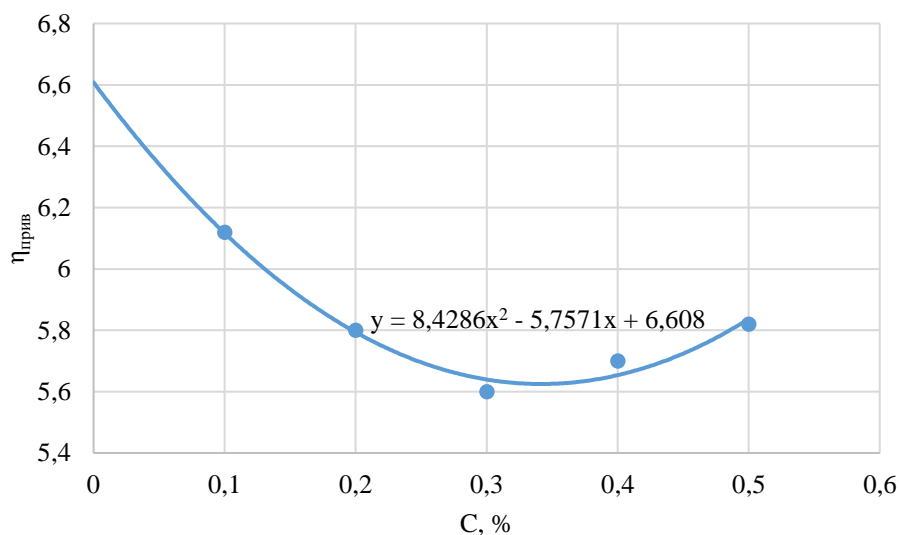


Рисунок 3.5 – График зависимости приведенной вязкости от концентрации растворов образца пектина, полученного из его раствора сушкой без наложения ультразвуковых колебаний

Молекулярную массу и степень полимеризации определили косвенными методами. Молекулярную массу рассчитали по уравнению Марка-Хаувинка-Куна. Степень полимеризации – отношение молекулярной массы пектина к молекулярной массе галактуроновой кислоты. Результаты расчетов представлены в таблицах 3.11-3.12

Таблица 3.11 – Реологические свойства образцов пектина, обработанных ультразвуком

Режим УЗ-обработки	Характеристическая вязкость $[\eta]$ , Па·с $10^{-3}$	Молярная масса М, г/моль	Степень полимеризации
Контрольный образец	6,638	54730,98	311
P = 100 Вт, t = 2 мин	2,020	23430,61	133
P = 100 Вт, t = 5 мин	1,729	20055,21	114
P = 100 Вт, t = 10 мин	1,232	14290,35	81
P = 100 Вт, t = 15 мин	0,568	7484,87	43

По таблице 3.11 видно, что под воздействием ультразвука происходит деполимеризация пектина. Чем дольше действие ультразвуковых волн, тем молекулярная масса меньше.

Таблица 3.12 – Реологические свойства образцов пектина, полученных из его раствора сушкой без наложения и с наложением ультразвуковых колебаний

Образец пектина	Характеристическая вязкость $[\eta]$ , Па·с $10^{-3}$	Молярная масса М, г/моль	Степень полимеризации
Контрольный образец	6,638	54730,98	311
Пектин, полученный из его раствора УЗ-сушкой	6,704	55176,63	314
Пектин, полученный сушкой из его раствора без воздействия ультразвука	6,608	54528,15	309,82

Из таблицы 3.12 видно, что реологические свойства пектина после сушки изменились незначительно.

### 3.6 Определение кислотности образцов растворов пектина

Для определения данного анализа брали 20 мл 1 %-ных растворов пектина, приливали дистиллированную воду к каждому образцу до объема около 100 мл, прибавляли

2-3 капли фенолфталеина и титровали раствором гидроксида натрия концентрации 0,1 моль/л до бледно-розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин. Кислотность X в мл 1 н NaOH/г вычисляли по формуле

$$X = \frac{K \cdot V \cdot 100}{m \cdot 10}, \quad (3.5)$$

где K – поправочный коэффициент раствора гидроксида натрия с концентрацией 0,1 моль/л;

V – объем раствора гидроксида натрия, израсходованный на титрование, мл;

m – масса навески пектина, г;

100 – коэффициент пересчета на 100 г продукта;

10 – коэффициент пересчета раствора гидроксида натрия концентрации 0,1 моль/л в 1 моль/л.

Результаты опытов сведены в таблицу 3.13.

Таблица 3.13 – Кислотность образцов 1 %-ных растворов пектина

Режим УЗ-обработки	Объем 1 %-ного раствора пектина, мл	Масса безводного пектина, г	Объем 0,1 н NaOH, израсходованный на титрование	Кислотность, мл 1 н NaOH/г
Контрольный образец	20	0,2	2,1	105,0
P = 100 Вт, t = 2 мин			2,2	110,0
P = 100 Вт, t = 5 мин			2,05	102,5
P = 100 Вт, t = 10 мин			2,25	112,5
P = 100 Вт, t = 15 мин			1,75	87,5

По таблице 3.13 видно, что кислотность раствора пектина, обработанного 15 минут ультразвуком, снизилась по сравнению с другими образцами.

### 3.7 Регрессионный анализ

Исходные данные для регрессионного анализа отражены в таблице 3.14.

Таблица 3.14 – Исходные данные для регрессионного анализа

КС, %	Длительность УЗ-воздействия, мин	Молекулярная масса, г/моль
y	x <sub>1</sub>	x <sub>2</sub>
11,29	0	50263,31
11,09	2	23430,61
11,01	5	20055,21
10,72	10	14290,35
10,47	15	7484,87

Определим вектор оценок коэффициентов регрессии. Согласно методу наименьших квадратов, вектор  $s$  получается из выражения:

$$s = (X^T X)^{-1} X^T Y \quad (3.6)$$

К матрице с переменными  $X_j$  добавили единичный столбец:

1	0	50263.31
1	2	23430.61
1	5	20055.21
1	10	14290.35
1	15	7484.87

Матрица  $Y$

11.29
11.09
11.01
10.72
10.47

Матрица  $X^T$

1	1	1	1	1
0	2	5	10	15
50263.31	23430.61	20055.21	14290.35	7484.87

Умножаем матрицы,  $(X^T X)$

$$X^T X = \begin{array}{|c|c|c|} \hline 5 & 32 & 115524,35 \\ \hline 32 & 354 & 402313,82 \\ \hline 115524,35 & 402313,82 & 3737842647,312 \\ \hline \end{array}$$

В матрице,  $(X^T X)$  число 5, лежащее на пересечении 1-й строки и 1-го столбца, получено как сумма произведений элементов 1-й строки матрицы  $X^T$  и 1-го столбца

матрицы

X.

Умножаем матрицы,  $(X^T Y)$

$$X^T Y = \begin{bmatrix} 54,58 \\ 341,48 \\ 1279685,238 \end{bmatrix}$$

Находим обратную матрицу  $(X^T X)^{-1}$

$$(X^T X)^{-1} = \begin{bmatrix} 5,066 & -0,319 & -0,000122 \\ -0,319 & 0,0233 & 7 \cdot 10^{-6} \\ -0,000122 & 7 \cdot 10^{-6} & 0 \end{bmatrix}$$

Вектор оценок коэффициентов регрессии равен

$$Y(X) = \begin{bmatrix} 5,066 & -0,319 & -0,000122 \\ -0,319 & 0,0233 & 7 \cdot 10^{-6} \\ -0,000122 & 7 \cdot 10^{-6} & 0 \end{bmatrix} * \begin{bmatrix} 54,58 \\ 341,48 \\ 1279685,238 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 11,138 \\ -0,0457 \\ 3 \cdot 10^{-6} \end{bmatrix}$$

Уравнение регрессии

$$Y = 11,1384 - 0,04566X_1 + 3 \cdot 10^{-6}X_2 \quad (3.7)$$

Интерпретация коэффициентов регрессии. Константа оценивает агрегированное влияние прочих (кроме учтенных в модели  $x_i$ ) факторов на результат  $Y$  и означает, что  $Y$  при отсутствии  $x_1$  составила бы 11.1384. Коэффициент  $b_1$  указывает, что с увеличением  $x_1$  на 1,  $Y$  снижается на 0.04566. Коэффициент  $b_2$  указывает, что с увеличением  $x_2$  на 1,  $Y$  увеличивается на  $3 \cdot 10^{-6}$ .

Число наблюдений  $n = 5$ . Число независимых переменных в модели равно 2, а число регрессоров с учетом единичного вектора равно числу неизвестных коэффициентов. С учетом признака  $Y$ , размерность матрицы становится равным 4. Матрица независимых переменных  $X$  имеет размерность  $(5 \times 4)$  (таблица 3.15), транспонированная матрица (таблица 3.16), матрица  $X^T X$  (таблица 3.17).

Таблица 3.15 – Матрица A

1	11.29	0	50263.31
---	-------	---	----------

1	11.09	2	23430.61
1	11.01	5	20055.21
1	10.72	10	14290.35
1	10.47	15	7484.87

Таблица 3.16 – Транспонированная матрица

1	1	1	1	1
11.29	11.09	11.01	10.72	10.47
0	2	5	10	15
50263.31	23430.61	20055.21	14290.35	7484.87

Таблица 3.17 – Матрица ХТХ

5	54.58	32	115524.35
54.58	596.212	341.48	1279685.238
32	341.48	354	402313.82
115524.35	1279685.238	402313.82	3737842647.312

Полученная матрица имеет следующее соответствие:

$$\begin{array}{cccc} \sum n & \sum y & \sum x_1 & \sum x_2 \\ \sum y & \sum y^2 & \sum x_1 y & \sum x_2 y \\ \sum x_1 & \sum y x_1 & \sum x_1^2 & \sum x_2 x_1 \\ \sum x_2 & \sum y x_2 & \sum x_1 x_2 & \sum x_2^2 \end{array}$$

Далее были рассчитаны парные коэффициенты корреляции

Таблица 3.18 – Парные коэффициенты корреляции

-	y	x <sub>1</sub>	x <sub>2</sub>
y	1	-0.9937	0.8828
x <sub>1</sub>	-0.9937	1	-0.8441
x <sub>2</sub>	0.8828	-0.8441	1

Из таблицы 3.18 видно, что значения парных коэффициентов свидетельствуют о сильной линейной связи между x<sub>2</sub> и y и весьма сильной линейной связи между x<sub>1</sub> и y.

Далее был построен график поверхности по данным таблицы 3.12 (рисунок 3.6).

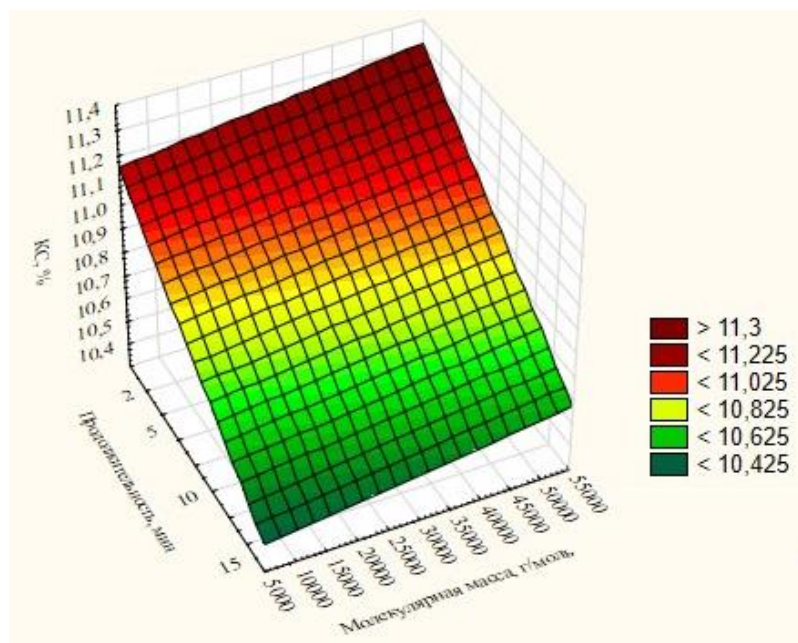


Рисунок 3.6 – График зависимости комплексообразующей способности пектина от его молекулярной массы и времени УЗ-воздействия

После этого были созданы карты линий уровня – проекции 3D графика (рисунок 3.6) на 2D плоскость (рисунки 3.7-3.9).

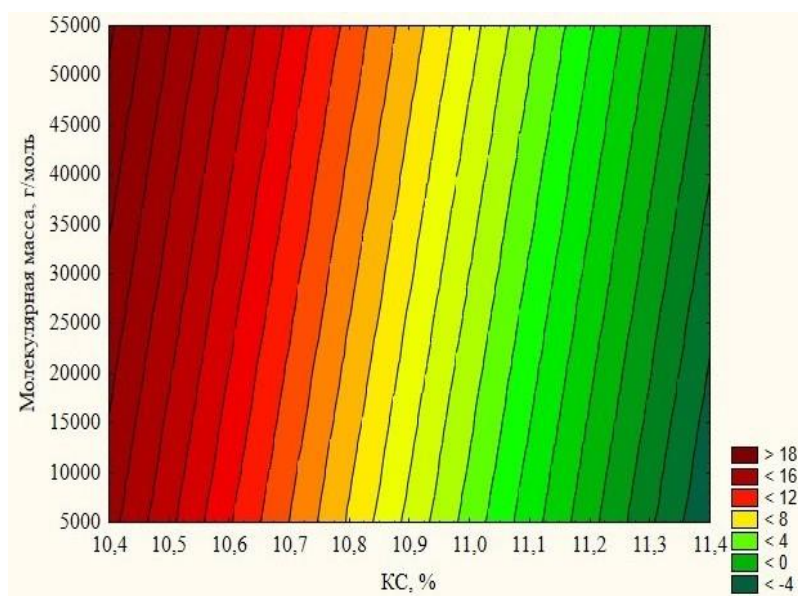


Рисунок 3.7 – Диаграмма рассеяния (X – КС, Y – Молекулярная масса)

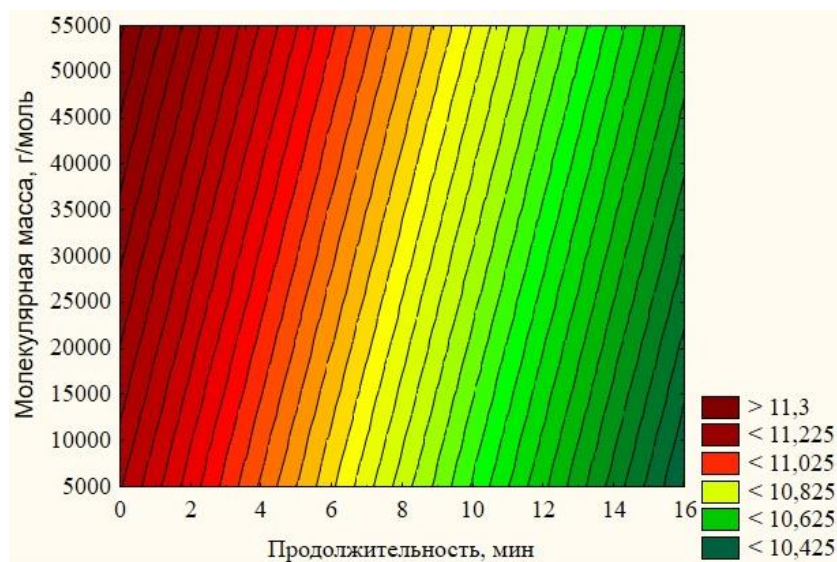


Рисунок 3.8 – Диаграмма рассеяния (X – Продолжительность, Y – Молекулярная масса)

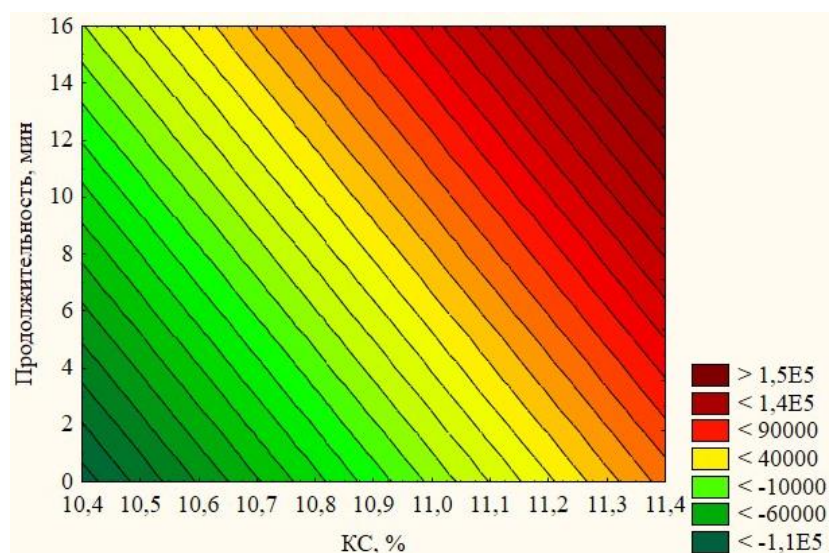


Рисунок 3.9 – Диаграмма рассеяния (X – КС, Y – Продолжительность)





### 3.8 Маркетинговое исследование препаратов БАД на основе пектина


Был проведен анализ рынка биологически активных добавок (БАД) и ЛС, содержащих пектин в качестве средства доставки БАВ. В результате не было найдено соответствующих препаратов.

Однако, в результате исследований установлено, что пектиновые вещества входят в состав энтеросорбентов. Характеристика найденных на рынке БАД представлена в таблице 3.1.

Таблица 3.1 – Характеристика энтеросорбентов, содержащих пектин



№ п/п	Наименование, изготовитель (фирма и страна)	Состав	Форма, упаковка, объем/количество	Цена, руб. на 15.06.2021 г
1	 <p>«Жидкий сорбент» (ООО «Мирролла», Россия) [39]</p>	<p>Декстроза, пектин яблочный, гуммиарабик (смола акации), L-таурин, янтарная кислота, кальция фосфат (антислеживающий агент/Е341), ароматизатор натуральный «Лимон», краситель натуральный («Бета-каротин»).</p>	<p>Порошок в саше-пакетах по 7 г.</p>	<p>228-00</p>
2	 <p>«Сорбектин» (ООО «Фармакор Продакшн», Россия) [40]</p>	<p>Мальтодекстрин из кукурузы, пектин, антислеживающий компонент диоксид кремния, арабиногалактан, экстракт мяты перечной, экстракт зеленого чая, ароматизатор пищевой «Мята» или без ароматизатора.</p>	<p>Порошок в пакетиках по 4,0 г.</p>	<p>238-00</p>
3	 <p>«Сорбигель» (ООО «Мирролла», Россия) [41]</p>	<p>Гуммиарабик, фруктоза, декстроза, крахмал кукурузный (или картофельный), экстракт листьев бадана толстолистного, цитрусовые волокна, пектин яблочный, экстракт травы зверобоя продырявленного, янтарная кислота, лимонная кислота (Е330), эфирное масло апельсина, вода очищенная.</p>	<p>Гелеобразная суспензия в тубах по 100 мл.</p>	<p>178-00</p>
4		<p>Овсяные отруби, яблочный пектин, грейпфрутовый пектин, мука из льняного семени, оболочка семян подорожника.</p>	<p>Капсулы</p>	<p>1409-00</p>

	«Солгар Мульти формула» («Solgar Vitamin», США) [42]			
5	 <p>«Жидкий уголь» (ООО «Внешторг фарма», Россия) [43]</p>	<p>Пектин яблочный, инулин, диоксид кремния аморфный (E551), таурин, ароматизатор натуральный яблочный, кислота янтарная, декстроза моногидрат.</p>	<p>Порошок для приготовления раствора 7г 10 шт.</p>	<p>253-00</p>
6	 <p>«Сорпектин» (ООО «Украинская Фармацевтическая Компания», Украина) [44]</p>	<p>Уголь активированный, пектин</p>	<p>Капсулы</p>	<p>71-00</p>

Данные препараты выпускаются в форме порошка, геля и капсул. Помимо пектина в их состав входят кислота янтарная, декстроза, крахмал, таурин. Применяются в качестве источника пищевых волокон, детоксиканта, пребиотика (поддерживают нормальную микрофлору кишечника).

## Заключение

На основе поиска информации выявлен наиболее эффективный метод модификации пектиновых веществ – ультразвуковая обработка.

Определены основные показатели образцов пектина, обработанных ультразвуком: комплексообразующая способность снизилась на 7,3 %, молекулярная масса снизилась на 85,1 %, степень этерификации не претерпевала значительных изменений;

Определены основные показатели образцов пектина, полученных сушкой их растворов с наложением ультразвуковых колебаний; молекулярная масса, степень этерификации и комплексообразующая способность не изменились; такой режим сушки с ультразвуком не влияет на структуру пектиновых молекул; время сушки с наложением ультразвуковых колебаний сокращается по сравнению с контрольным опытом на 27 %, что говорит об эффективности такого метода сушки;

Для более объективной оценки влияния ультразвуковых волн на физико-химические свойства пектина необходимо провести дополнительные серии опытов с изменением не только времени воздействия, но и мощности ультразвукового аппарата, таким образом, проверить возможность гидролиза только сложноэфирных связей для понижения комплексообразующей способности пектина.

## Список использованных источников

1. Исследование технологических свойств биохимически модифицированных пектиновых веществ / Т.И. Никитчина // Технологический аудит и резервы производства. – 2015. – № 2/4(22). – С. 34-39.
2. Донченко, Л.В. Пектин: основные свойства, производство и применение : монография / Л.В. Донченко, Г.Г. Фирсов. – Москва : ДеЛи принт, 2007. – 276 с. – ISBN 978-5-94343-126-5.
3. Болдинов, Д.И. Изучение возможности импортозамещения коммерческих пектинов отечественными аналогами / Д.И. Болдинов, И.Е. Кучин // Прикладные аспекты инноваций в биотехнологии: материалы II Всероссийской научно-практической конференции студентов и молодых ученых (г. Бийск, 2018 г.) / редкол.: Е.Д. Рожнов, В.И. Четвериков. – Бийск, 2019. – С. 47-51.
4. О влиянии молекулярной массы на проявление сорбционных свойств пектиновыми веществами / В.В. Кондратенко, Т.Ю. Кондратенко // Новые технологии. – 2011. – №2. – С. 22-29.
5. Изучение комплексообразующей способности пектина по отношению к меди и свинцу / Л.А. Михеева, М.А. Февралева, Г.Т. Брынских, А.В. Тры // Ульяновский медико-биологический журнал. – 2017. – № 2. – С. 111-116.
6. Изучение взаимодействия пектина с цефазолином методом ИК-спектроскопии / Р.Р. Хайруллина, Г.Р. Тимербаева, А.С. Шуршина // Вестник Башкирского университета. – 2017. – Т. 1, № 22. – С. 69-71.
7. Сравнительное исследование формирования гидрогелевых микросфер на основе различных пектинов и зеина кукурузы с модельным лекарством / Г.Ф. Касимова, З.К. Мухидинов, С. Халикова [и др.] // Доклады Академии наук Республики Таджикистан. – 2013. – Т. 56, № 5. – С. 399-404.
8. Возможности капсулирования противотуберкулезных препаратов с помощью полиэлектролитных мультислоев / Б.Х. Мусабаева, К.Б. Мурзагулова, Н.Н. Санькова, З.Ж. Арипжанова // Международный журнал экспериментального образования. – 2015. – № 10. – С. 47-48.
9. Волкова, М.В. Оценка высвобождения месалазина при деструкции пектиновых гидрогелей в условиях гастроэнтеральной среды *in vitro* / М.В. Волкова, З.Р. Хасаншина, П.А. Марков // Общество. Наука. Инновации (НИК-2018): сборник статей XVIII Всероссийской научно-практической конференции (г. Киров, 2019 г.) / редкол.: С.Г. Литвинец, И.В. Смольняк, Е.Г. Рылова [и др.]. – Киров, 2018. – С. 20-27.

10. Медьсвязывающая активность пектиновых полисахаридов / Р.М. Горшкова, И.Ф. Рахимов, З.К. Мухидинов [и др.] // Доклады Академии наук Республики Таджикистан. – 2013. – Т. 56, № 7. – С. 552-558.
11. Получение и перспективы использования пектиновых комплексов / Л.А. Михеева, А.В. Солдатенкова // Ульяновский медико-биологический журнал. – 2011. – № 3. – С. 125-130.
12. Перспективы использования пектиновых биополимеров для создания лекарственных препаратов / С.Т. Минзанова, В.Ф. Миронов, О.В. Цепяева [и др.] // Вестник Казанского технологического университета. – 2014. – Т. 17, № 3. – С. 169-174.
13. Применение природных полисахаридов в фармацевтике / М.В. Хвостов, Т.Г. Толстикова, С.А. Борисов, А.В. Душкин // Биоорганическая химия. – 2019. – Т. 45, № 6. – С. 563-575.
14. Потенцирование противоопухолевой активности циклофосфана низкомолекулярным пектином / И.О. Кудайбергенова, Б.Н. Лепшин, И.Ш. Чакеев [и др.] // Современная медицина: актуальные вопросы. – 2016. – № 54-55. – С. 59-68.
15. Роль медицинского пектина при лечении онкологических заболеваний и его получение / Ю.В. Махова, С.Н. Бутова, Д.В. Гаврилова // Актуальные вопросы биотехнологий и медицины. – 2012. – № 10 (19). – С. 231-233.
16. Structural properties of polysaccharide-based microcapsules for soft tissue regeneration / F. Munarin // J. Mater. Sci. Mater. Med. – 2010. – Vol. 21, № 1. – P. 365– 375.
17. Effect of modified pectin molecules on the growth of bone cells / H.E. Kokkonen // Biomacromolecules. – 2007. – Vol. 8, № 2. – P. 509–515.
18. Biofunctional chemically modified pectin for cell delivery / F. Munarin // Soft Matter. 2012. – Vol. 8. – P. 4731-4739.
19. Development and characterization of pectin- prednisolone microspheres for colon targeted delivery / C.P. Jain, A. Dashora // Int. J. ChemTech Res. – 2009. – Vol. 1, № 3. – P. 751– 757.
20. Advances in biomedical applications of pectin gels / F. Munarin, M.C. Tanzi, P. Petrini // Int. J. Biol. Macromol. Elsevier B.V. – 2012. – Vol. 51, № 4. – P. 681–689.
21. Composite wound dressings of pectin and gelatin with aloe vera and curcumin as bioactive agents / M. Tummalapalli // Int. J. Biol. Macromol. Elsevier B.V. – 2016. – Vol. 82. – P. 104–113.
22. Pectin/carboxymethyl cellulose/microfibrillated cellulose composite scaffolds for tissue engineering / N. Ninan // Carbohydr. Polym. Elsevier Ltd. – 2013. – Vol. 98, № 1. – P. 877– 885.

23 Pectin in controlled drug delivery – a review / L. Liu, M.L. Fishman, K.V. Hicks // Cellulose – 2006. – Vol. 14, № 1. – P. 15–24.

24. Патент № 2640499 Российская Федерация, МПК А61К 31/047, А61К 35/04, А61К 36/185, А61К 47/36, А61К 9/51, А61J 3/07, В01J 13/02, В28В 3/00. Способ получения нанокапсул бетулина : № 2016130906 : заявл. 26.07.2016 : опубл. 09.01.2018 / Кролевец А.А. ; заявитель Кролевец А.А. – 7 с.

25. Патент № 2557903 Российская Федерация, МПК А61К 31/195, А61К 47/36, А61К 9/51, А61J 3/07, В01J 13/02, В28В 3/00. Способ получения нанокапсул l-аргинина в пектине : № 2014111720/15 : заявл. 26.03.2014 : опубл. 27.07.2015 / Кролевец А.А., Богачев И.А. ; заявитель Кролевец А.А., Богачев И.А. – 5 с.

26. Патент № 2672065 Российская Федерация. МПК А61К 36/05, А61К 9/51, В82В 1/00. Способ получения нанокапсул экстракта хлореллы в пектине : № 2016144858 : заявл. 15.11.2016 : опубл. 15.05.2018 / Кролевец А.А., Наумов М.М., Лукьянов В.А., Роик Б.О., Андреев В.С. ; заявитель Кролевец А.А., Наумов М.М., Лукьянов В.А., Роик Б.О., Андреев В.С. – 4 с.

27. Патент № 2550923 Российская Федерация. МПК А61К 9/51, А61К 31/4184, В01J 13/06, В82В 1/00. Способ получения нанокапсул фенбендазола : № 2014108053/15 : заявл. 03.03.2014 : опубл. 20.05.2015 / Кролевец А.А., Богачев И.А. ; заявитель Кролевец А.А., Богачев И.А. – 5 с.

28. Патент № 2647440 Российская Федерация. МПК А61К 8/11, А61К 9/51, А61К 31/732, В82В 1/00. Способ получения нанокапсул семян чиа (*Salvia hispanica*) в пектине : № 2016132559 : заявл. 05.08.2016 : опубл. 08.02.2018 / Кролевец А.А. ; заявитель Кролевец А.А. – 5 с.

29. Патент № 2558079 Российская Федерация. МПК А61К 31/05, А61К 9/51, А61К 47/36, А61К 3/07, В01J 13/02, В82В 3/00. Способ получения нанокапсул резвератрола в пектине : № 2014113568/15 : заявл. 07.04.2014 ; опубл. 27.07.2015 / Кролевец А.А., Покровский М.В., Богачев И.А., Якушев В.И., Гудырев О.С., Файтельсон А.В., Ремизов П.П., Соболев М.С. ; заявитель Кролевец А.А., Покровский М.В., Богачев И.А., Якушев В.И., Гудырев О.С., Файтельсон А.В., Ремизов П.П., Соболев М.С. – 6 с.

30. Патент № 2647437 Российская Федерация. МПК А61К 9/51, В82В 1/00, А61К 9/52, А61К 31/732, А61К 36/28. Способ получения нанокапсул лекарственных растений, обладающих иммуностимулирующим действием в пектине : № 2016136793 : заявл. 13.09.2016 : опубл. 15.03.2018 / Кролевец А.А. ; заявитель Кролевец А.А. – 5 с.

31. Патент № 2642056 Российская Федерация. МПК А61К 9/52, А61К 36/734, А61К 47/36, В82В 3/00. Способ получения нанокапсул лекарственных растений, обладающих

кардиотоническим действием в пектине : № 2016121812 : заявл. 01.06.2016 ; опубл. 23.01.2018 / Кровелец А.А. ; заявитель Кровелец А.А. – 4 с.

32. Патент № 2599843 Российская Федерация. МПК А61К 9/51, А61К 47/36, А61К 36/82, А61J 3/07, В82В 3/00. Способ получения нанокапсул экстракта зеленого чая в пектине : № 2015118696/15 : заявл. 19.05.2015 ; опубл. 20.10.2016 / Кровелец А.А. ; заявитель Кровелец А.А. – 7 с.

33. Patent № 2843302 France. IPC А61К9/16, А61К9/50, А61К38/46, А61К47/36, А61К9/16. Multiparticulate delivery vehicles for oral delivery to the stomach of active compounds chosen from enzymes capable of inactivating macrolides and quinolones : № 20021029 : application 29.10.2002 ; published 13.02.2004 / Bourgeois Sandrine, Fattal Elias, Andreumont Antoine, Couvreur Patrick ; applicant Centre Nat Rech Scient, Da Volterra. – 42 p.

34. Патент № 2503455 Российская Федерация. МПК А61К 31/60, С08В 37/06. Комплекс пектинового биополимера с ацетилсалициловой кислотой : № 2012132873/13 : заявл. 31.07.2012 ; опубл. 10.01.2014 / Минзанова С.Т., Вышитакалюк А.Б., Цапаева О.В., Миронова Л.Г., Миронов В.Ф., Зобов В.В. ; заявитель Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт органической и физической химии им. А.Е. Арбузова Казанского научного центра Российской академии наук. – 9 с.

35. Патент № 2322089 Российская Федерация. МПК А23L 1/29, А23L 1/30, А61К 31/732, А61К 31/715, А61Р 3/04, А61Р 3/10. Композиция, образующая матрицу, содержащая пектин, и её применение (варианты) : № 2004122131/15 : заявл. 20.12.2002 ; опубл. 20.04.2008 / Наварро и Корен Петер Антонио, Ван Ларе Катрин Мария Йозефа, Де Ланге Мария Элизабет Хермин, Минор Марсел ; заявитель Н.В. Нютрисиа. – 23 с.

36. Патент № 2113221 Российская Федерация. МПК А61К 9/50. Фармацевтическая форма для введения лекарственного средства в ободочную кишку, способ введения лекарственного препарата и способ получения матриц для такой формы : № 92016384/14 : заявл. 02.05.1991 ; опубл. 20.06.1998 / Амнос Синтов, Абрахам Рубинштейн ; заявитель Исум Рисерч Дивелопмент Компани оф дзе Хебрю Университи оф Иерусалим, Перио Продактс Лтд. – 27 с.

37. Химическое модифицирование пектина с целью повышения его сорбционных свойств / Л.А. Купчик, Н.Т. Картель, Е.С. Богданов [и др.] // Журнал прикладной химии. – 2006. – Т. 79, № 3. – С. 464-467.

38. Development of a valencia orange pectin methylesterase for generating novel pectin products / B.J. Savary, A.T. Hotchkiss, M.L. Fishman [et. al.] // Advances in Pectin and Pectinase Research. – 2003. – P. 345-361.

39. Mode of pectin deesterification by *Trichoderma reesei* pectinesterase / O. Markovi, R. Kohn // *Cellular and Molecular Life Sciences*. – 1984. – V. 40. – P. 842-843.
40. Филимонов, М.В. Совершенствование электрохимического метода получения низкоэтерифицированных пектинов с высокими комплексообразующими свойствами : специальность 05.18.01 «Технология обработки, хранения и переработки злаковых, бобовых культур, крупяных продуктов, плодовоовощной продукции и виноградарства» : дисс. ... канд. техн. наук / Филимонов Михаил Васильевич. – Краснодар, 2014. – 131 с.
41. High hydrostatic pressure and mild heat treatments for the modification of orange peel dietary fiber: effects on hygroscopic properties and functionality / Viridiana Tejada-Ortigoza, Luis Eduardo Garcia-Amezquita, Sergio O. Serna-Saldívar [et. al.] // *Food and Bioprocess Technology*. – 2017. – V. 10. – P. 639-649.
42. Emerging technologies for the extraction and modification of dietary fiber / Viridiana Tejada-Ortigoza, Tomás García-Cayuela, Jorge Welte-Chanes [et. al.] // *Science and Technology of Fibers in Food Systems*. – 2020. – P. 363-381.
43. Characterization of Water Binding Properties of Apple Pectin Modified by Instant Controlled Pressure Drop Drying (DIC) by LF-NMR and DSC Methods / Xiao Li, Jinfeng Bi, Xin Jin [et. al.] // *Food and Bioprocess Technology*. – 2019. – V. 13. – P. 265-274.
44. Минзанова, С.Т. Пектины из нетрадиционных источников: технология, структура, свойства и биологическая активность / С.Т. Минзанова, В.Ф. Миронов, А.И. Коновалов [и др.] ; Изд-во «Печать-Сервис-XXI век», 2011. – 224 с. – ISBN 978-5-91383-038-3.
45. Исследование кинетики распылительной сушки пектинового экстракта / О.А. Петровичев, И.Ю. Алексанян // *Вестник АГТУ*. – 2006. – № 6 (35). – С. 154-158.
46. Аверьянова, Е.В. Пектин: методы выделения и свойства : методические рекомендации / Е.В. Аверьянова, М.Н. Школьникова – Бийск: Изд-во АлтГТУ, 2015. – 42 с.
47. Исследование эффективности ультразвуковой сушки / Н.В. Хмелев, А.В. Шалунов, Р.В. Барсуков [и др.] // *Техническая акустика*. – 2009. – № 6. – С. 56-70.
48. Применение ультразвука при сушке макаронных изделий с белковыми добавками / Е.И. Верболоз, О.И. Николук // *Вестник ВГУИТ*. – 2017. – № 1. – С. 50-54.
49. Хатко, З.Н. Комплексообразующая способность свекловичного пектина / З.Н. Хатко, А.А. Ашинова // *Научное обеспечение устойчивого развития агропромышленного комплекса горных и предгорных территорий: материалы Международной научно-практической конференции, посвящённой 100-летию Горского ГАУ (г. Владикавказ, 2018 г.)* / редкол.: В.Х. Темираев, Б.Б. Басаев, А.Б. Кудзаев [и др.]. – Владикавказ, 2018. – С. 104-106.



50. Изучение свойств пектина, полученного из вторичных сырьевых ресурсов ягодного сырья Алтайского края / Е.В. Аверьянова, М.Н. Школьников, И.А. Чаплыгина // Вестник КрасГау. – 2016. – №12. – С. 118-127.