

УДК 543.63:581.141/.142

Студ. Н.В. Брушко

Науч. рук. доц. О.В. Стасевич

(кафедра физико-химических методов сертификации продукции)

АНАЛИЗ ЭКСТРАКТА ФЕРУЛОВОЙ КИСЛОТЫ ИЗ ОТХОДОВ ПЕРЕРАБОТКИ САХАРНОЙ СВЕКЛЫ

Экстракты, обогащенные феруловой кислотой (ФК) – биологически активным соединением, могут использоваться в промышленности в качестве основы для производства биологически активных добавок, а также профилактических и косметических средств. Ранее нами было показано, что ФК содержится в корнеплодах столовой свеклы в концентрации до 0,2 % масс. [1]. В данной работе было проанализировано содержание ФК в свекловичном жоме, так как выделение ФК из него является альтернативным способом его переработки.

Целью данного исследования является разработка наиболее эффективного экстракционного способа выделения феруловой кислоты из отходов переработки сахарной свеклы, а также изучение состава получаемого экстракта методами тонкослойной (ТСХ) и высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ).

Для достижения поставленной цели было апробировано несколько способов экстракции феруловой кислоты из свекловичного жома, а также определено ее качественное и количественное содержание в полученных экстрактах с помощью ТСХ и ВЭЖХ. Экстракт с наибольшим содержанием ФК был проанализирован методом ТСХ для установления в нем количества компонентов.

За основу для разработки эффективного способа был взят используемый нами ранее (базовый) метод выделения ФК из столовой свеклы. Он заключался в проведении щелочного гидролиза (NaOH, 4н) растительного сырья в течение 24 ч и последующего кислотного гидролиза (HCl, 4н) в течение 3 ч, а также экстракции гидролизата этилацетатом в течение 24 ч с последующим отделением сырья от жидкой фазы фильтрованием. При этом этилацетат добавлялся в объеме равном водному гидролизату, после экстракции осуществлялось отделение органической фазы от водной. Для снижения экономических затрат и повышения эффективности были апробированы следующие модификации базового способа экстракции:

1) После гидролиза водную фракцию отделяли декантацией. Полученный мокрый осадок заливали этилацетатом в объеме равном объему оставшейся суспензии.

2) По окончании экстракции смесь без фильтрации разделяли на водную и органическую фазы.

3) По окончании гидролиза водную фракцию отделяли центрифугированием. Полученный мокрый осадок заливали этилацетатом в эквивалентном объеме.

4) После гидролиза водную фракцию отделяли центрифугированием. Полученный мокрый осадок заливали этилацетатом в эквивалентном объеме. Выдерживали смесь в течение 20 ч в темном месте, затем подвергали перемешиванию в течение 4 ч.

Качественный анализ содержания ФК в экстрактах проводили методом ТСХ. Хроматографирование проводили на пластинках для ТСХ Kieselgel 60 F254 (Merck, США) в следующей системе растворителей: вода : пропанол-2 : 25 % водный раствор аммиака (1 : 8 : 1). Проявление пластин проводили в УФ-свете при длине волны 254 нм. Идентификацию ФК в экстракте осуществляли по показателю R_f , который соответствовал R_f стандартного коммерческого препарата феруловой кислоты (Sigma, США).

Количественную оценку ФК в анализируемых экстрактах проводили методом обращенно-фазовой ВЭЖХ с масс-детектированием на хроматомасс-спектрометре «Waters» [1]. Идентификацию ФК осуществляли по времени удерживания $t_R = 17,85$ мин и по масс-спектру с $m/z = 195,55$ в области положительных ионов, который соответствовал молекулярному иону $[M+H]^+$, то есть феруловой кислоте. Количественное определение ФК осуществляли методом абсолютной калибровки при помощи графика с уравнением прямой $y = 2316,4x + 253022,2$ ($R^2 = 0,951$).

Результаты количественного анализа полученных экстрактов представлены в таблице 1.

Таблица 1 – Количественные характеристики способов экстракции феруловой кислоты

Способ экстракции	Масса сырья, г	Масса экстракта, мг	Выход экстракта из сырья, %	Содержание ФК в экстракте, %
Базовый	1,7095	56,30	3,29	5,67
1	10,0000	102,90	1,03	3,60
2	2,0000	21,20	1,06	8,92
3	2,0000	23,60	1,18	4,23
4	2,0000	27,90	1,40	2,58

Как видно из таблицы, базовый способ позволяет получить экстракт с наибольшим выходом. Однако максимальное содержание феруловой кислоты в экстракте достигалось использованием способа 2, при этом расход этилацетата снижался в 1,85 раза.

Экстракт, полученный по способу 2, подвергали ТСХ анализу для определения количества входящих в него компонентов. Хроматографирование проводили в системах А – пропанол-2 : аммиак : вода (8 : 1 : 1) и Б – петролейный эфир : ацетон (5 : 5) (таблица 2).

Таблица 2 – Значения показателя R_f компонентов экстракта

Компонент	Значения показателя R _f	
	система А	система Б
1	0	0
2	0,09	0
3	0,20	0
4	0,26	0
5	0,31	0
6	0,40	0
7	0,54	0,24
8	0,69	0,49
9	0,97	0,57
10	0,97	0,65

Как видно из таблицы, экстракт полученный по способу 2, содержит 10 компонентов.

Таким образом, на основании полученных данных можно сделать вывод о том, что наиболее эффективным и экономически целесообразным способом выделения феруловой кислоты является способ экстракции, предусматривающий предварительный слив водной фазы после гидролиза перед экстракцией этилацетатом. Данный способ позволяет снизить расход этилацетата и повысить содержание в нем феруловой кислоты до 8,92 % масс. Также было выявлено, что получаемый экстракт содержит 9 компонентов помимо феруловой кислоты. Таким образом, для дальнейшего его использования в промышленности, все компоненты экстракта должны быть идентифицированы.

ЛИТЕРАТУРА

1 Стасевич, О.В. Анализ феруловой кислоты в растениях, содержащих фенилпропаноиды / О.В. Стасевич, Е.С. Лихтарович, С.Н. Шемет // Труды БГТУ. – 2014. – № 4: Химия, технология орган. в-в и биотехнология. – С. 200–203.