

УДК 542.61:547.9:663.543

Студ. В.А. Лось

Науч. рук. доц. О.В. Стасевич

(кафедра физико-химических методов сертификации продукции, БГТУ)

ЭКСТРАКЦИЯ И ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФЕРУЛОВОЙ КИСЛОТЫ В ОТХОДАХ ПЕРЕРАБОТКИ САХАРНОЙ СВЕКЛЫ

Феруловая кислота (ФК) является природным фенилпропановым соединением, обладающим широким спектром биологической активности: антиоксидантной, противоопухолевой и антимикробной. Благодаря вышеперечисленным свойствам феруловая кислота может быть использована в качестве основы при создании лекарственных, профилактических и косметических средств. Ранее нами было показано, что феруловая кислота содержится в свекловичном жоме в концентрации 0,2% мас., и таким образом его можно использовать в качестве сырья для выделения данного соединения. При этом для извлечения феруловой кислоты в качестве растворителя использовали этилацетат, что значительно повышало себестоимость выделяемого вещества [1].

Целью работы является выделение феруловой кислоты из отходов переработки сахарной свеклы различными методами экстракции с применением 50% водного этанола в качестве экстрагента.

Этанол был выбран из-за его низкой, в сравнении с этилацетатом, стоимости и хорошей растворяющей способностью фенилпропановых соединений. Объектом исследования являлись образцы свекловичного жома, предоставленные ОАО «Городейский сахарный комбинат».

Процесс выделения феруловой кислоты из мокрого свекловичного жома включал в себя следующие стадии:

- 1) высушивание растительного сырья при температуре, не превышающей 50°C;
- 2) разделение сырья на пять проб массой 2 г;
- 3) проведение щелочного гидролиза растительного сырья в течение 24 ч (4 н NaOH);
- 4) проведение кислотного гидролиза полученной суспензии растительного сырья в течение 3 ч (конц. HCl, pH = 2);
- 5) нейтрализация полученной суспензии растительного сырья (NaOH, pH = 7);
- 6) экстракция феруловой кислоты из полученной суспензии;

7) отделение растительного сырья от жидкой фазы фильтрованием;

8) упаривание жидкой фазы на роторном испарителе при пониженном давлении при температуре, не превышающей 50°C.

Экстракцию феруловой кислоты из гидролизованного сырья осуществляли 50% этанолом. К полученной после гидролиза суспензии добавляли этанол в соотношении 1:1, что и привело к получению экстрагирующей смеси нужного состава. Далее пробы были подвергнуты разным способам экстракции:

1) мацерации в течение 22,5 ч при комнатной температуре в защищенном от света месте;

2) экстракции ультразвуком в течение 1 ч при комнатной температуре (ультразвуковая ванна UM-4 «Unitra-Unima», Olsztyn, Польша, частота 25 КГц);

3) экстракции на водяной бане в течение 1 ч при температуре 50°C;

4) экстракции при воздействии микроволновой энергии мощностью 300 Вт в течение 5 мин (микроволновая печь «Samsung ME731KR», Samsung Electronics Co., Ltd, Корея);

5) экстракции при воздействии микроволновой энергии мощностью 100 Вт в течение 10 мин (микроволновая печь «Samsung ME731KR», Samsung Electronics Co., Ltd, Корея).

Качественная оценка содержания ФК в полученных экстрактах была осуществлена методом тонкослойной хроматографии (ТСХ) [1]. Идентификацию соединений осуществляли путем сравнения окраски пятна и показателя R_f с окраской и показателем стандартного образца ФК (Sigma, США). Результаты ТСХ-анализа показали присутствие феруловой кислоты во всех образцах.

Количественный анализ содержания ФК в полученных экстрактах проводили на хроматографе «Waters» с масс-спектрометрическим детектором на колонке с обращенно-фазным силикагелем C18 Symmetry 250 × 4,6 мм [1].

Идентификацию ФК осуществляли по времени удерживания $t_R = 21,1$ мин, которое совпадало со временем удерживания стандартного образца феруловой кислоты (Sigma, США), а также по УФ и масс-спектру в области положительных ионов, в котором наблюдался сигнал с $m/z = 195,55$, соответствующий молекулярному иону $[M + H]^+$, то есть феруловой кислоте. Количественное определение ФК осуществляли методом абсолютной калибровки при помощи графика, построенного по стандартным растворам ФК с концентрациями 0, 148, 528, 756, 1016 мкг/мл. Уравнение прямой при этом имело вид $y =$

$209306x + 2 \times 10^7$, коэффициент корреляции (R^2) равнялся 0,9786. Результаты количественной оценки представлены в таблице.

Таблица – Количественные характеристики способов экстракции феруловой кислоты из свекловичного жома

Способ экстракции	Количество ФК, найденное по калибровочному графику, мкг/мл	Содержание ФК в сухом жмыхе, % мас.
1	599,8423	0,1868
2	44,7163	0,0139
3	603,6516	0,1898
4	668,6635	0,2092
5	59,7341	0,0188

Как видно из таблицы, экстракция при воздействии микроволновой энергии мощностью 100 Вт позволяет получать экстракт с наибольшим содержанием в нем ФК в пересчете на сухой жмых. Наименьшее содержание ФК достигалось при использовании ультразвуковой бани и микроволновой энергии мощностью 300 Вт, что возможно связано с разрушением этого вещества под действием этих условий. Остальные способы экстракции дают возможность также получать экстракт с тем же содержанием, что и при экстракции этилацетатом.

Таким образом, было выявлено, что экстракция ФК из свекловичного жома 50% водным этанолом при использовании микроволновой энергии мощностью 100 Вт наиболее эффективна и дает возможность получать экстракт с содержанием ФК 0,2092% мас. в пересчете на сухой жмых. Способы экстракции мацерацией и на водяной бане дают также удовлетворительные результаты, сопоставимые с результатами экстракции этилацетатом, и могут быть использованы при разработке технологии выделения феруловой кислоты из свекловичного жома. Этанольные экстракты будут иметь меньшую себестоимость и будут хорошо растворимы в пропиленгликоле и бутиленгликоле, которые широко используют в косметической промышленности в качестве растворителей в косметических средствах.

ЛИТЕРАТУРА

1. Сравнительный анализ жидкостной и сверхкритической флюидной экстракции феруловой кислоты из свекловичного жома / [Н.В. Брушко и др.] // Труды БГТУ. – 2018. – № 1, серия 2: Химические технологии, биотехнология, геоэкология – С. 31–34.