

# Осадження інуліну етанолом та математичне обґрунтування процесу

**Р.І. Грушецький**, кандидат технічних наук, старший науковий співробітник, Інститут продовольчих ресурсів НААН України.

**Л.М. Хомічак**, доктор технічних наук, професор, Інститут продовольчих ресурсів НААН України.

**І.Г. Гриненко**, кандидат технічних наук, старший науковий співробітник, Інститут продовольчих ресурсів НААН України.

**В.О. Мірошник**, кандидат технічних наук, доцент, Національний університет біоресурсів і природокористування України.

*В даній роботі були проведені дослідження можливості осадження високомолекулярного інуліну етиловим спиртом з метою одержання фракцій з максимальною молекулярною масою і достатнім виходом та математичне обґрунтування процесу.*

*Ключові слова: високомолекулярний інулін, осадження, математичне обґрунтування.*

*В данной работе были проведены исследования возможности осаждения высокомолекулярного инулина этиловым спиртом с целью получения фракций с максимальной молекулярной массой и достаточным выходом, а также проведено математическое обоснование процесса.*

*Ключевые слова: высокомолекулярный инулин, осаждение, математическое обоснование.*

*In this article we investigated the possibility of high molecular inulin sedimentation by ethanol to obtain fractions with a maximum molecular weight and sufficient output, as well as the mathematical reasoning process.*

*Key words: high molecular inulin, sedimentation, mathematical reasoning*

При дослідженні процесів осадження інуліну, було відмічено, що фракції інуліну з більшою молекулярною масою (ММ) осаджуються швидше, тоді як низькомолекулярні інуліни довгий час знаходяться у розчині [1,2]. Тому було зроблено припущення, що чим раніше після початку осадження ми вилучимо інулін, тим більша буде його ММ.

Порушити рівновагу розчину інуліну і осадити його, можна різними методами: охолодження розчинів, концентрування, використання дегідратантів.

В даній роботі були проведені дослідження можливості осадження високомолекулярного (ВМ) інуліну етиловим спиртом з метою одержання фракцій з максимальною ММ та достатнім виходом.

Етанол в якості дегідратанта був вибраний по ряду причин:

- він є нетоксичним та дешевим;
- при збільшенні концентрації етилу у водних розчинах інуліну, інулін інтенсивно осаджується;
- при деяких концентраціях етилу у водних розчинах інуліну, він може виступати у якості стабілізатора.

Аналіз якості отриманої фракції інуліну проводили за допомогою молекулярних сит (Sefadex-50) та методики, розробленої Селівановим, яка базується на властивості резорцину утворювати з фруктозою забарвлені розчини.

Калібрування колонки, заповненої полімером

декстрану Sefadex-50, проводили фруктозою, сахарозою, рафінозою та інуліном. Елюювання речовин з колонки здійснювали 0,05%-ним розчином кухонної солі.

Основними факторами, які впливають на осадження ВМ є концентрація розчину інуліну, концентрація дегідратанта та тривалість процесу.

Так концентрація розчину інуліну, який використовують для фракціонування, повинна бути не меншою 10%, так як при її зменшенні, ВМ самочинно осаджується незалежно від концентрації дегідратанта.

У випадку використання етилового спирту як дегідратанта, його концентрація не повинна перевищувати 25%, так при вищій концентрації етилового спирту досягається повне осадження всіх фракцій інуліну. Тому були вибрані три концентрації етилу – 15% - мінімально можлива, 25% - максимально можлива і 20% - проміжна концентрація.

Зразок для проведення досліджень готували наступним чином: наважку 30 г ВМ інуліну із визначеним гельхроматографічно фракційним складом (вихідний інулін), розчиняли у 300 мл дистильованої води. Отриманий 10%-ний розчин інуліну протягом 20 хвилин витримували при температурі +70°C і нерозчинну білкову масу відділяли від розчину за допомогою центрифугування. Розділяли зразок на 9-ть частин, по три на кожен концентрат. В перші три добавляли 96%-ний етиловий спирт з розрахунку утворення 25%, в другі три 20%-ного та в останні три 15%-ного спиртово-

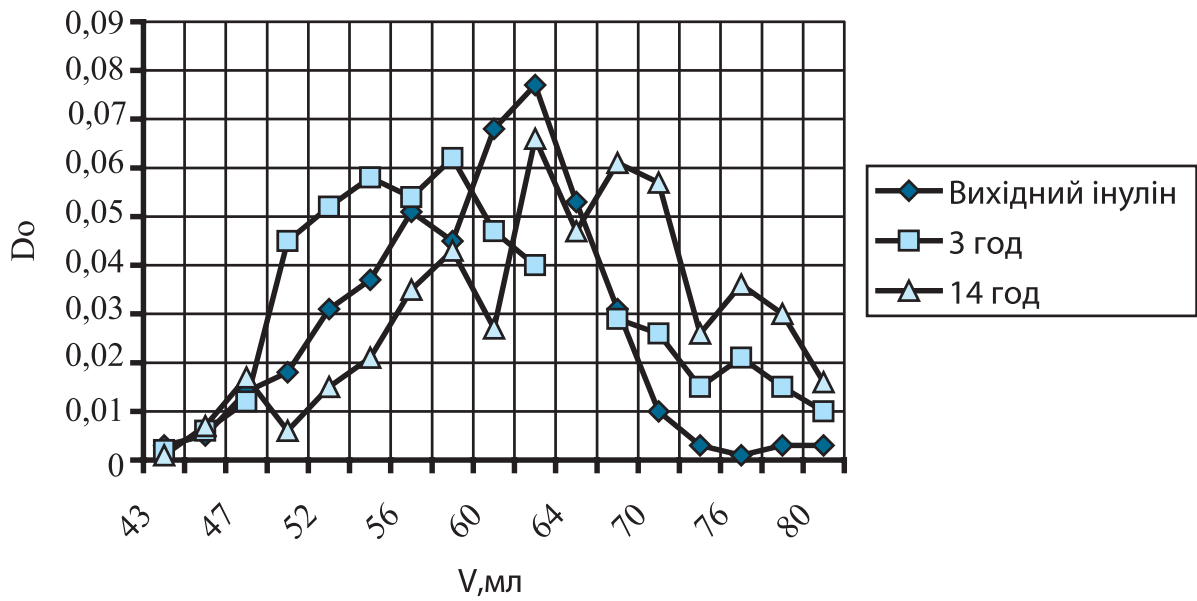


Рис.1. Гельхроматограми інулінів, одержаних із 25% розчину етилового спирту в часі

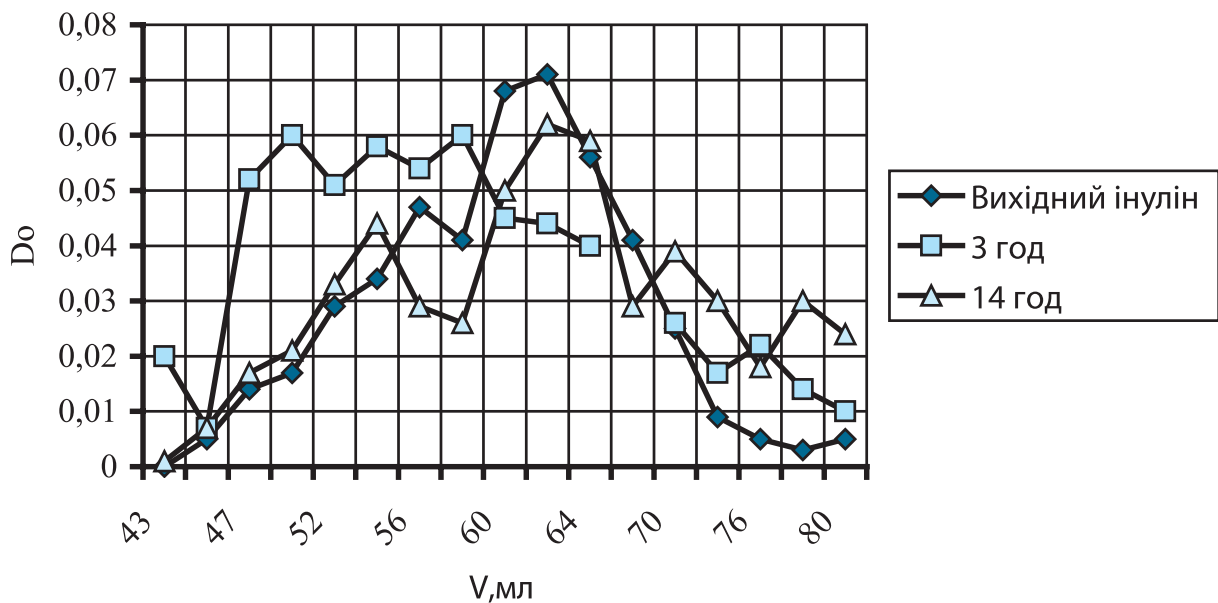


Рис.2. Гельхроматограми інулінів, одержаних із 20% розчину етилового спирту в часі

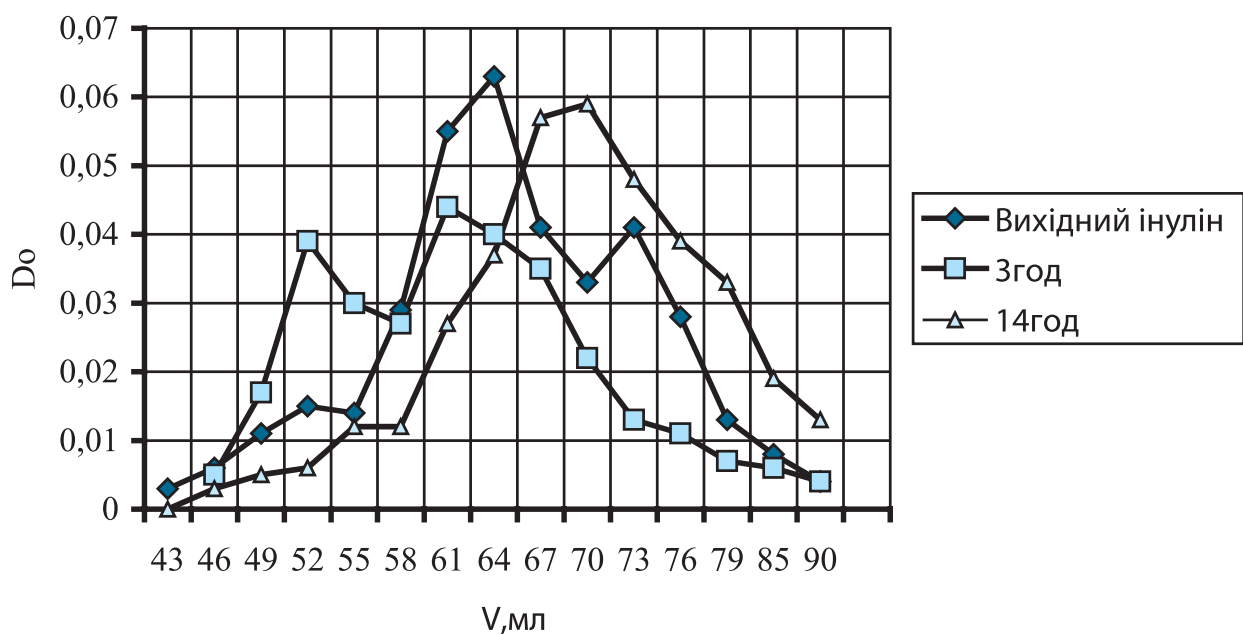


Рис.3. Гельхроматограми інулінів, одержаних із 15% розчину етилового спирту в часі

го розчину. Із кожної групи через 30 хв. осадження відбирали по одній пробі і видаляли осад з розчину за допомогою центрифугування. Другу пробу аналізували через 3 год. осадження і третю після 14 год. витримання.

Такі часові проміжки обумовлені швидкістю осадження інуліну - через 30 хв. викристалізовується тільки інулін із молекулярною масою  $> 3500$ , далі, за нашими припущеннями, повинен кристалізуватися інулін із ММ 2500-3500. 14 годин витримання розчину вибрані тому, що навіть без дегідратанта за такий строк інулін повністю осаджується і ми отримаємо змогу проаналізувати ММР низькомолекулярних фракцій вихідної суміші інулінів.

Результати гельхроматографічних досліджень осадів інуліну зразків 25%, 20% і 15%-их концентрацій етанолу представлені на **рис. 1, 2 та 3**.

Як показує аналіз гельхроматограм (**рис. 1, 2, 3**), під впливом дегідратантів, незалежно від їхньої концентрації у вихідному розчині, у першу чергу в осад переходить інулін із більшою молекулярною масою (гельхроматограми інулінів, одержаних після 3-х год. (**рис. 1-3**), про що свідчить зміщення кривих гельхроматограм вліво по осі X відносно гельхроматограми вихідного інуліну та вищі значення  $D_0$  на 51-55 мл. Далі в осад після 14-ти год. осадження переходять низькомолекулярні фракції вихідного інуліну, про що свідчать вищі значення  $D_0$  на 70-80 мл на кривих «14 год.» **рис. 1-3**, у порівнянні з кривою вихідного інуліну.

Таким чином, для успішного вирішення питання одержання фракцій із більшим або меншим середнім СП, необхідними умовами є:

- Застосування дегідратанта у невеликих кількостях, призводить до пришвидшення процесу осадження високомолекулярних фракцій, при цьому вплив низьких концентрацій дегідратанта на пришвидшення осадження низькомолекулярних фракцій є незначним.
- Застосування дегідратанта у великих концентраціях призводить до швидкого і повного осадження всієї суміші вихідного інуліну, що унеможливає відбір потрібних фракцій.
- При відборі фракцій із зразка слід керуватися принципом - чим скоріше відібрана проба, тим вищий її середній ступінь полімеризації.
- Температура розчину вихідного інуліну, із якого відбираються потрібні фракції, повинна бути вище  $0^{\circ}\text{C}$ , і обов'язково постійною, так як зниження температури, а тим більше заморожування розчину ВМІ, також має дегідратантні властивості і може приводити до не бажаного співосадження ВМ і НМ фракцій інуліну.

Для розроблення математичної моделі залежності виходу інуліну від концентрації етанолу у вихідних розчинах криві на **рис. 1, 2, 3** проінтегрували.

Одержані залежності осадження ВМ інуліну

від концентрації етанолу в розчині і часу осадження не дозволяють визначити якісь оптимальні строки чи концентрації, так як являються лінійними. Тому для оптимізації процесу були виділені критерії важливості виходячи із 1- загальна важливість, де: 0,5- важливість виходу ВМІ, 0,2 – час процесу і 0,3 – концентрація етанолу.

Визначення оптимальних параметрів процесу провели за допомогою програми переведення натуральних значень локальних критеріїв оптимальності в безрозмірну форму методом Харрінгтона.

На основі одержаних кривих оптимізації за допомогою програми знаходження максимального значення критерію оптимальності з двовимірного масиву визначили оптимальні параметри виходу ВМ інуліну при максимальному значенні узагальненого критерію  $F(x)=0,253$ . Вони склали: концентрація етанолу 16,75% і час осадження 0,5 год. При цьому інтегральний вихід ВМ інуліну складе 1,083.

### Висновки

- Застосування дегідратанта у невеликих кількостях, призводить до пришвидшення процесу осадження високомолекулярних фракцій, при цьому вплив низьких концентрацій дегідратанта на пришвидшення осадження низькомолекулярних фракцій є незначним.
- Застосування дегідратанта у великих концентраціях призводить до швидкого і повного осадження всієї суміші вихідного інуліну, що унеможливає відбір потрібних фракцій.
- При відборі фракцій із зразка слід керуватися принципом – чим скоріше відібрана проба, тим вищий її середній ступінь полімеризації.
- Температура розчину вихідного інуліну, із якого відбираються потрібні фракції, повинна бути вище  $0^{\circ}\text{C}$ , і обов'язково постійною, так як зниження температури, а тим більше заморожування розчину ВМІ, також має дегідратантні властивості і може приводити до не бажаного співосадження ВМ і НМ фракцій інуліну.
- Оптимальними параметрами виходу ВМ інуліну при максимальному значенні узагальненого критерію  $F(x)=0,253$  є концентрація етанолу 16,75% і час осадження 0,5 год. При цьому інтегральний вихід ВМ інуліну складе 1,083.

### Список використаних джерел

1. Jan Van Loo, Paul Coussement, Leen de Leenheer, Hubert Hoebregs, Gearger Smits. On the presence of Inulin and Oligofructose as Natural Ingredients in the Western Diet. Critical Reviews in Food Science and Nutrition. 35 (6): 525-552 (1995).
2. Yanovsky B.E., Kinsberry R.M. New sources of inulin. J. Am. Chem. Soc., 53 issue 4, p. 1597-1601 (1931).