УДК 661.74

АНАЛИЗ СПОСОБОВ ОЧИСТКИ ЭКСТРАКТОВ ИЗ ДИКОРАСТУЩЕГО СЫРЬЯ СИБИРСКОГО ФЕДЕРАЛЬНОГО ОКРУГА

Л.С. Дышлюк*, Е.В. Каширских, С.Ю. Носкова, А.И. Пискаева, А.В. Изгарышев, С.Ю. Гармашов

ФГБОУ ВО «Кемеровский технологический институт пищевой промышленности (университет)», 650056, Россия, г. Кемерово, б-р Строителей, 47

**e-mail: soldatovals1984@mail.ru*

Дата поступления в редакцию: 22.09.2016
Дата принятия в печать: 24.10.2016

Известно, что в Сибирском федеральном округе наблюдается превышение предельно допустимых концентраций вредных веществ, что является причиной аккумулирования их в организме и, как следствие, нарушений здоровья и качества жизни населения. Дикорастущее сырье представляет собой богатый источник алкалоидов, гликозидов, кумаринов, витаминов, эфирных масел, фенолов и других групп полезных веществ, оказывающих оздоровительное и защитное действие. Наиболее перспективным способом извлечения подобных биологически активных соединений из дикорастущего растительного сырья является экстракция с получением галеновых и новогаленовых препаратов. Важным этапом экстракции биологически активных соединений является очистка полученных экстрактов от балластных веществ. В статье исследованы четыре способа очистки экстрактов, полученных из дикорастущего сырья Сибирского федерального округа. Установлено, что наиболее эффективным способом является двухстадийная очистка (ультрафильтрация и обращенно-фазовая высокоэффективная жидкостная хроматография), позволяющая достичь величин степени очистки экстрактов от балластных веществ в диапазоне 77,7–95,4 %. Авторами разработана технологическая схема получения экстрактов из дикорастущего сырья Сибирского федерального округа: листья брусники обыкновенной (*Vaccinium vitisidaea L.*), плоды калины обыкновенной (*Viburnum opulus*), плоды облепихи крушиновидной (*Hippophaë rhamnoides*), плоды шиповника иглистого (*Rosa acicularis*), плоды рябины обыкновенной (*Sorbus aucuparia*). Основные стадии технологического процесса производства экстрактов включают: подготовку растительного материала; подготовку экстрагента или смеси экстрагентов; получение вытяжки; концентрирование; очистку вытяжки; получение технического продукта; очистку технического продукта; стандартизацию по действующим веществам; упаковку, маркировку, фасовку готовой продукции.

Дикорастущее сырье, новогаленовые препараты, биологически активные компоненты, экстракция, очистка экстрактов, ультрафильтрация, обращенно-фазовая жидкостная хроматография

Введение

Суровые климатические условия, стрессовые ситуации, несбалансированное питание, загрязнение окружающей среды являются неблагоприятными факторами проживания населения в России в целом и в Сибирском регионе в частности.

В Сибирском федеральном округе (СФО) отмечается значительное превышение предельно допустимых концентраций многих вредных веществ, имеющих тенденцию к накоплению в организме и являющихся причиной возникновения профессиональных и экологически обусловленных нарушений здоровья и снижения качества жизни. Вопросы безопасности и качества продукции, а также совершенствования методов их контроля являются чрезвычайно актуальными [1].

В структуре питания населения, проживающего в Сибирском регионе, выявляемый дефицит важнейших нутриентов имеет характер хронической сочетанной недостаточности, особенно практически всех витаминов и ряда жизненно важных микро- и макроэлементов. Выявленные отклонения ведут к нарушению иммунного статуса, снижению резистентности организма к инфекциям, другим неблагоприятным факторам окружающей среды, приводящим к повышению уровня заболеваемости и снижению работоспособности [2].

Среди факторов питания, имеющих важное значение для поддержания здоровья, работоспособности и долголетия человека, важнейшая роль принадлежит полноценному и регулярному снабжению его организма необходимыми микронутриентами: витаминами и жизненно важными веществами и компонентами [3, 4]. Одним из путей поступления микронутриентов в организм человека является прием витаминно-минеральных препаратов. Однако нередко витамины и минералы в процессе производства и хранения образуют комплексы, которые организм трудно усваивает, что является основным недостатком таких препаратов [4]. Альтернативным источником поступления микронутриентов в организм человека являются функциональные продукты питания и напитки – специальные пищевые продукты, предназначенные для всех возрастных групп населения, продукты, при систематическом применении которых снижается риск заболеваний, связанных с питанием [5, 6].

Перспективным источником биологически активных компонентов является дикорастущее сырье (плоды, ягоды) – богатый источник витаминов, ми-

неральных солей, макро- и микроэлементов, которые даже в минимальных количествах оказывают оздоровительное и защитное действие [7, 8].

Российская Федерация является одной из богатейших стран мира по запасам дикорастущего растительного сырья. Статистические данные свидетельствуют о том, на рынке Томской области реализуется 38,5 % дикорастущей продукции, в СФО – 6,5 %, в других регионах РФ – 18,5 % [8]. Однако объемы использования этих ресурсов несопоставимы с масштабами их природного воспроизводства. Имеет место крупный разрыв между природным потенциалом территории СФО в части ежегодного воспроизводства дикоросов и уровнем вовлечения их в хозяйственный оборот как для внутреннего потребления населением региона, так и для экспорта в другие регионы России и за рубеж [7–9].

Растения являются ценными природными ресурсами, значение которых в наше время не только не ослабевает, но и продолжает возрастать. В научную медицину вошли новые виды растений, получены данные об их биологически активных веществах, разработаны эффективные препараты на их основе (иммуномодулирующие, гепатопротекторные, противоопухолевые и др.) [10, 11, 12].

В растениях содержатся как общие для всех высших растений вещества (полисахариды, белки, соли), так и специфические для определенных. С медико-фармацевтической и технологической точек зрения химические вещества растений условно подразделяют на действующие, сопутствующие и балластные [12]. Действующие (или биологически активные) вещества – соединения, оказывающие специфическое лечебное действие на организм человека. Именно их наличие обусловливает ценность каждого вида лекарственного растительного сырья. К ним относят различные группы алкалоидов и гликозидов, кумарины, витамины, эфирные масла, фенолы и другие группы веществ [9, 13].

Различные препараты на основе растений занимают важное место в современной медицине. Несмотря на успехи в развитии органического синтеза, многие биологически активные вещества растений пока не удается синтезировать химическим путем: их синтез часто оказывается экономически неэффективным, что свидетельствует о высокой значимости растительных источников фармацевтических препаратов – фитопрепаратов. Наиболее перспективным способом извлечения биологически активных соединений из дикорастущего растительного сырья является экстракция с получением галеновых и новогаленовых препаратов [14].

Галеновые препараты – это группа лекарственных средств, получаемых из растительного сырья путем вытяжки (экстракции). Принимаются почти исключительно внутрь (перорально), что отличает их от неогаленовых (новогаленовых) препаратов. Новогаленовые препараты (Praeparata neogalenica) – максимально очищенные экстракционные препараты, содержащие в своем составе исключительно комплекс действующих веществ в их природном состоянии [7, 8, 14, 15].

Максимально очищенные фитопрепараты (новогаленовые) – это группа экстракционных лекарств из растительного сырья, содержащих комплекс действующих веществ в их нативном (природном) состоянии, максимально освобожденных от балластных веществ. Первым препаратом был дигипурат, содержащий смесь сердечных гликозидов из листьев наперстянки пурпуровой [16]. Новогаленовые препараты более устойчивы при хранении по сравнению с галеновыми, обладают постоянством действия на основе более строгой стандартизации, не вызывают побочных эффектов, обусловленных наличием балластных веществ, их можно применять парентерально. Их выпускают в виде консервированных и стандартных жидких продуктов, предназначенных для перорального, наружного или инъекционного применения, или в виде твердых таблетированных препаратов. Производство новогаленовых препаратов характеризуется индивидуальным подходом к получению отдельных продуктов или их групп [17, 18].

Технология максимально очищенных препаратов сложнее технологии других фитопрепаратов, поскольку из полученных вытяжек необходимо удалить балластные вещества, не затронув при этом терапевтически ценные компоненты, в связи с чем технология новогаленовых препаратов характеризуется резко выраженным индивидуальным подходом, обусловленным характером исходного лекарственного растительного сырья, свойствами действующих и сопутствующих им веществ и характером получаемого препарата. Поэтому технологическая схема их получения может быть намечена в самых общих чертах [19].

1. Подготовка растительного материала.
2. Подготовка экстрагента или смеси экстрагентов.
3. Получение вытяжки.
4. Концентрирование.
5. Очистка вытяжки.
6. Получение технического продукта.
7. Очистка технического продукта.
8. Стандартизация по действующим веществам (биологическим или химическим методами).
9. Упаковка, маркировка, фасовка готовой продукции.

Одним из важных этапов повышения эффективности технологии производства новогаленовых препаратов является этап по очистке вытяжки выделенных биологически активных компонентов.

В растительном материале, как правило, содержатся белки, полисахариды, ферменты, пектины, слизи и другие подобные вещества. При экстрагировании растительного материала водой или слабыми водно-спиртовыми растворами (с концентрацией 20–40 %) кроме действующих веществ извлекаются и указанные балластные вещества, которые затем переходят в извлечение, а потом в экстракты. Такие экстракты оказываются нестойкими и некачественными, так как балластные вещества в них разлагаются и придают экстрактам нехарактерный запах, растворы таких экстрактов становятся мутными и не допускаются к применению. Поэтому из полученных экстрактов необходимо предварительно удалить балластные вещества. Для этого существует несколько методов. В каждом отдельном случае в зависимости от количества и свойств балластных веществ пользуются индивидуальным ме-

тодом очистки. Простейшим из них является отстаивание при +8÷10 °С в течение 0,5–1 сут. В других случаях для удаления белков, извлечения кипятят при атмосферном давлении в течение 0,5–3 ч, если это позволяют действующие вещества. В ряде случаев для удаления балластных веществ применяют адсорбенты – тальк, каолин, бентониты, порошок целлюлозы и другие, которые адсорбируют на своей поверхности взвешенные частицы, пигменты, смолы. Балластные вещества также можно осадить прибавлением к ним спирта в количестве, устанавливаемом опытным путем (от 1/4 до 3-кратного объема спирта по отношению к количеству осветляемой жидкости) [19–22].

В рамках поиска и разработки новых методов извлечения различных компонентов пищи, в том числе биологически активных веществ, научным сообществом проводятся определенные исследования, которые включают в себя заимствование методов и средств, в том числе и из других областей науки [23].

Цель данной работы – развитие фундаментальных основ создания функциональных продуктов питания путем комплексной переработки дикорастущего сырья СФО и получения высококачественных новогаленовых экстрактов с максимально высоким содержанием биологически активных веществ, соответствующим составу исходных растений, для пищевой промышленности.

Объекты и методы

В качестве объектов исследования в данной работе использовали дикорастущее сырье Сибирского федерального округа (СФО): листья брусники обыкновенной (*Vaccinium vitisidaea* L.), плоды калины обыкновенной (*Viburnum opulus*), плоды облепихи крушиновидной (*Hippophaë rhamnoides*), плоды шиповника иглистого (*Rosa acicularis*), плоды рябины обыкновенной (*Sorbus aucuparia*). Использовали свежий материал, собранный в фазу полного созревания: для листьев брусники – середина сентября; для плодов калины – конец сентября – начало октября; для плодов облепихи – начало – середина октября; для плодов шиповника – август – октябрь; для плодов рябины – август – октябрь.

Брусника обыкновенная (*Vaccinium vitisidaea* L.) – вечнозеленый кустарник, рода *Вакциниум* (*Vaccinium*) семейства *Вересковые*. Заготавливали сырье весной до цветения, пока бутоны еще зеленые, и осенью при полном созревании плодов. Листья ощипывали с куста или срезали побеги и сушили инфракрасным излучением при температуре 35–40 °С.

Калина обыкновенная (*Viburnum opulus*) – листопадный кустарник, вид рода *Калина* (*Viburnum*) семейства *Адоксовые* (*Adoxaceae*). Плоды собирали в период полной зрелости, срезая вместе с плодоножками. Сушли в сушилках при температуре 60–80 °С.

Облепиха крушиновидная (Hippophaë rhamnoides) – двудомный кустарник или дерево, вид рода *Облепиха* (*Hippophaë*) семейства *Лоховые* (*Elaeagnaceae*). Собирали плоды путем «ошмыгивания» ветвей в период их созревания, когда они приобретали желто-оранжевую или оранжевую окраску, упруги и при сборе не раздавливаются.

Шиповник иглистый (Rosa acicularis) – кустарник, вид *Шиповник* семейства *Розовые* (*Rosaceae*). Свежее сырье просматривали и очищали от примесей, отделяли плоды-орешки и волоски.

Рябина обыкновенная (Sorbus aucuparia) – дерево или кустарник, рода *Рябина* семейства *Розовые* (*Rosaceae*). Во время собора срывали рябину вместе со щитками, на которых расположены ягоды. Рябину перебирали, раскладывали на противнях в один слой и сушили в инфракрасном излучении при температуре 70–75 ºС.

На основании результатов предыдущих исследований [8], в ходе которых определены количественное содержание экстрактивных веществ и суммарное содержание флавоноидов в исходном сырье и экстрактах, а также представлены результаты оценки эффективности экстракции биологически активных веществ из вышеуказанного дикорастущего сырья при разных температурах, экстракцию проводили в условиях:

– экстракция листьев брусники обыкновенной ацетоном: температура экстракции – 56,1 °С, продолжительность – 4 ч, соотношение массовых частей сырье – экстрагент – 1:20, степень измельченности сырья – 0,2–0,8 мм, плотность загрузки сырья – 0,2 г/см^3;

– экстракция листьев брусники обыкновенной гексаном: температура экстракции – 68,0 °С, продолжительность – 4 ч, соотношение массовых частей сырье – экстрагент – 1:10, степень измельченности сырья – 1–2 мм, плотность загрузки сырья – 0,2 г/см^3;

– экстракция плодов калины обыкновенной хлороформом: температура экстракции – 25,0 °С, продолжительность – 2 ч, соотношение массовых частей сырье – экстрагент – 1:5, степень измельченности сырья – 1–2 мм, плотность загрузки сырья – 0,2 г/см^3;

– экстракция плодов калины обыкновенной ацетоном: температура экстракции – 56,1 °С, продолжительность – 4 ч, соотношение массовых частей сырье – экстрагент – 1:10, степень измельченности сырья – 1–2 мм, плотность загрузки сырья – 0,2 г/см^3;

– экстракция плодов облепихи крушиновидной смесью бензол-этанол 1:2 (концентрация этанола 93 %): температура экстракции – 67,9 °С, продолжительность – 2 ч, соотношение массовых частей сырье – экстрагент – 1:10, степень измельченности сырья – 1–2 мм, плотность загрузки сырья – 0,2 г/см^3;

– экстракция плодов облепихи крушиновидной смесью этанол-вода 1:2 (концентрация этанола 93 %): температура экстракции – 78,1 °С, продолжительность – 2 ч, соотношение массовых частей сырье – экстрагент – 1:5, степень измельченности сырья – 0,2–0,8 мм, плотность загрузки сырья – 0,2 г/см^3;

– экстракция плодов шиповника иглистого гексаном: температура экстракции – 68,0 °С, продолжительность – 5 ч, соотношение массовых частей сырье – экстрагент – 1:10, степень измельченности сырья – 1–2 мм, плотность загрузки сырья – 0,2 г/см^3;

– экстракция плодов шиповника иглистого бензолом: температура экстракции – 80,1 °С, продолжительность – 4 ч, соотношение массовых частей сырье – экстрагент – 1:10, степень измельченности сырья – 1–2 мм, плотность загрузки сырья – 0,2 г/см^3;

– экстракция плодов рябины обыкновенной водой: температура экстракции – 85,0 °С, продолжительность – 4 ч, соотношение массовых частей сырье – экстрагент – 1:10, степень измельченности сырья – 1–2 мм, плотность загрузки сырья – 0,2 г/см^3;

– экстракция плодов рябины обыкновенной этанолом: температура экстракции – 78,4 °С, продолжительность – 3 ч, соотношение массовых частей сырье – экстрагент – 1:10, степень измельченности сырья – 1–2 мм, плотность загрузки сырья – 0,2 г/см^3.

В данной работе исследованы четыре способа очистки экстрактов, полученных из дикорастущего сырья, изученного на первом этапе исследований [8]:

– выпаривание растворителя;

– ультрафильтрация;

– гель-фильтрация на сефадексе G-25;

– двухстадийная очистка: ультрафильтрация, обращенно-фазовая высокоэффективная жидкостная хроматография.

Оценку степени чистоты экстрактов проводили с помощью аналитической обращенно-фазовой высокоэффективной жидкостной хроматографии. Для характеристики степени очистки исползовали показатель – содержание балластных веществ в экстракте.

Выпаривание растворителя осуществляли путем кипячения при температурах кипения экстрагентов: ацетона – 56,1 °С, гексана – 68,0 °С, хлороформа – 61,2 °С, смеси бензол-этанол 1:2 – 67,9 °С, смеси этанол-вода 1:2 – 78,1 °С, бензола – 80,1 °С, воды – 100,0 °С, этанола – 78,4 °С.

Ультрафильтрацию экстрактов проводили с помощью установки МФУ-Р-45-300 (Россия) с использованием мембран с диаметром пор 10 и 15 кДа при pH 6,0–6,5. Полученный фильтрат стерилизовали, сгущали до содержания сухих веществ 50–55 % и сушили до содержания влаги 14–16 %.

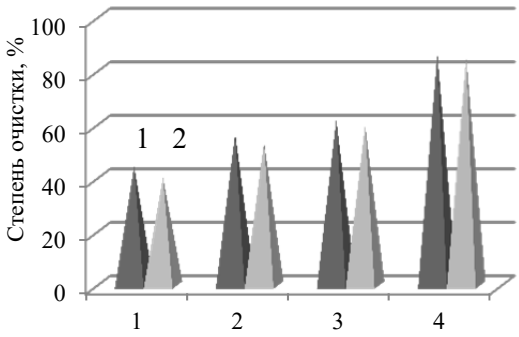
В третьем способе очистки к 1 л экстракта добавляли 300 г сефадекса G-25, оставляли на 10 мин, полученную смесь центрифугировали при 3000 об/мин в течение 20 мин. Надосадочный раствор удаляли, набухший гель элюировали дистиллированной водой, вновь центрифугировали при 3000 об/мин в течение 20 мин. Полученные жидкие фракции стерилизовали фильтрацией через мелкопористые фильтры диаметром 0,2 мкм. Для получения сухой фракции подвергали лиофильному высушиванию.

Четвертая схема очистки экстрактов осуществлялась следующим образом. На первой стадии экстракты подвергали ультрафильтрации на установке МФУ-Р-45-300 (Россия). Далее полученный фильтрат очищали с помощью нескольких последовательных циклов обращенно-фазовой высокоэффективной жидкостной хроматографии (ОФ ВЭЖХ) на хроматографе LC-20 (Shimadzu, Япония), элюируя биологически активные вещества в градиенте концентраций ацетонитрила с использованием различных противоионов. Полученные после проведения ОФ ВЭЖХ фракции высушивали с помощью центрифугирования под вакуумом на установке SpeedVac (Savant, США).

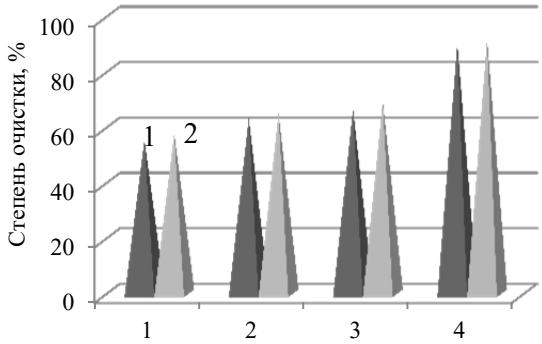
Полученные в результате анализа результатов очистки экстрактов данные и результаты предыдущих исследований по подбору технологических режимов противоточной экстракции дикорастущего сырья с целью извлечения биологически активных компонентов [8] использованы для разработки рецептуры и технологической схемы функционального продукта питания на основе дикорастущего сырья СФО.

Результаты и их обсуждение

Результаты, полученные в ходе опытов по применению различных способов очистки экстрактов из растительного сырья СФО, представлены на рис. 1–3.



а



б

Рис. 1. Результаты очистки экстрактов: а – листьев брусники обыкновенной: способ очистки: 1 – ацетоновый экстракт; 2 – гексановый экстракт; б – плодов калины обыкновенной: способ очистки: 1 – хлороформный экстракт; 2 – ацетоновый экстракт

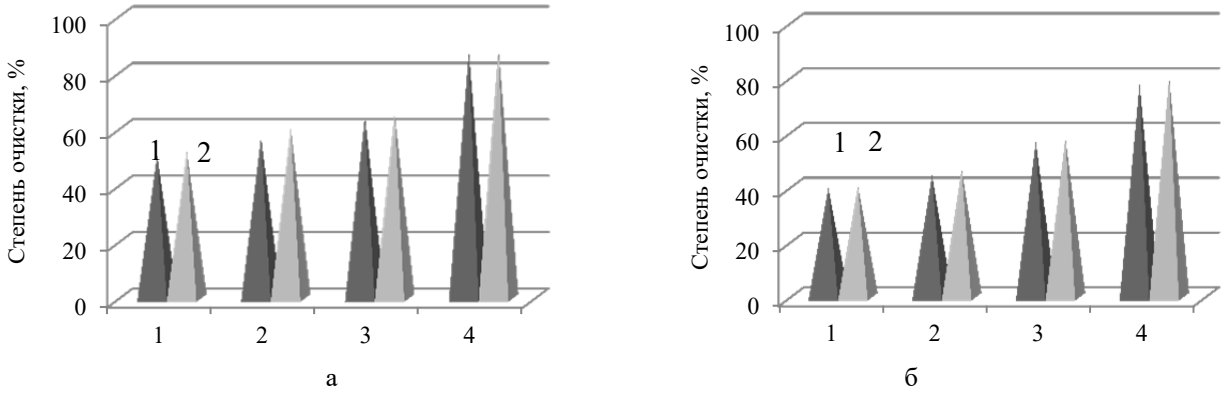


Рис. 2. Результаты очистки экстрактов: а – плодов облепихи крушиновидной:
1 – экстракт, полученный при использовании смеси бензол-этанол 1:2;
2 – экстракт, полученный при использовании смеси этанол-вода 1:2;
б – плодов шиповника иглистого: 1 – гексановый экстракт; 2 – бензоловый экстракт

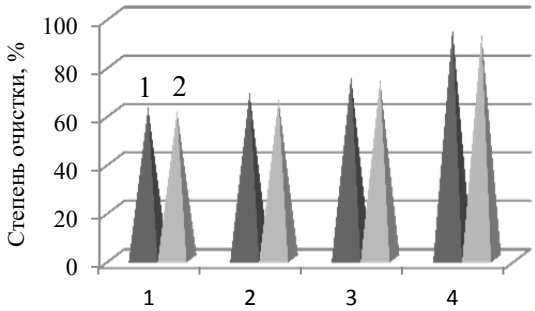


Рис. 3. Результаты очистки экстрактов плодов рябины обыкновенной: 1 – водный экстракт; 2 – этаноловый экстракт

Анализ рис. 1–3 позволяет сделать вывод о том, что в случае всех рассматриваемых экстрактов дикорастущего сырья наиболее эффективной является двухстадийная очистка (ультрафильтрация и обращенно-фазовая высокоэффективная жидкостная хроматография), позволяющая достичь величин степени очистки экстрактов от балластных веществ в диапазоне 77,7–95,4 %.

Технологический процесс производства экстрактов из дикорастущего сырья СФО осуществляют согласно технологической схеме (рис. 4).

Рис. 4. Технологическая схема производства экстрактов из дикорастущего сырья СФО

Технология максимально очищенных новогаленовых экстрактов на основе дикорастущего сырья СФО является сложной технологией, поскольку из полученных вытяжек необходимо удалить балластные вещества, не затронув при этом терапевтически ценные компоненты, в связи с чем технология новогаленовых экстрактов на основе дикорастущего сырья СФО характеризуется резко выраженным индивидуальным подходом, обусловленным характером исходного лекарственного растительного сырья, свойствами действующих и сопутствующих им веществ и характером получаемого препарата.

Основные стадии производства новогаленовых экстрактов на основе дикорастущего сырья СФО следующие.

1. Подготовка растительного материала (измельчение сырья (степень измельченности – 1–2 мм), просеивание и взвешивание растительного сырья (плотность загрузки сырья – 0,2 г/см^3)).

2. Подготовка экстрагента или смеси экстрагентов. При получении новогаленовых препаратов используют широкий ассортимент экстрагентов: воду, водные растворы кислот, щелочей, солей, этанол различной концентрации, смеси растворителей (например, смесь хлороформа или метилена хлорида с этанолом 95:5). Экстрагент подбирают экспериментально с таким учетом, чтобы он максимально растворял действующие и минимально – балластные вещества. Помимо этого, к экстрагенту предъявляют требования:

– селективность (избирательность) экстрагента, т.е. способность экстрагента предпочтительно извлекать один или несколько компонентов раствора;

– высокий коэффициент распределения. Необходимо подобрать растворитель, чтобы достигнуть значения коэффициента распределения порядка 10–100. Соблюдение этого требования позволит при экстрагировании получать более концентрированный раствор извлекаемого компонента, сократить количество экстракций и расход экстрагента. Для этого часто используют процесс высаливания и изменения значения pH вытяжки для уменьшения растворимости целевого компонента;

– оценка емкости экстрагента. Выбираемый экстрагент должен обладать большей емкостью, т.е. растворять большое количество извлекаемого вещества. При несоблюдении этого требования в результате экстракции получают разбавленный раствор;

– растворимость экстрагента. Экстрагент не должен растворяться в жидкой среде вытяжки, т.е. жидкости должны быть нерастворимыми друг в друге. Высокая взаимная растворимость жидкостей приводит к потерям экстрагента и получению загрязненного раствора;

– доступность и стоимость экстрагента, его возможная токсичность, плотность, межфазовое натяжение, наличие ПАВ в вытяжке.

3. Получение вытяжки. Для получения вытяжки из лекарственного растительного сырья в технологии максимально очищенных препаратов наиболее широко применяется экстракция, особенно методы мацерации, перколяции, противоточной и циркуляционной экстракции, которые позволяют с наименьшей затратой времени и растворителей получить вытяжки.

Условия экстракции дикорастущего сырья: температура – комнатная, продолжительность – 2 ч, соотношение массовых частей сырье – экстрагент – 1:10, степень измельченности – 1–2 мм, плотность загрузки сырья – 0,2 г/см^3 вышеуказанными растворителями и их смесями.

4. Концентрирование методом вакуумного выпаривания.

5. Очистка вытяжки. На стадии очистки полученные извлечения подвергают последовательной обработке, целью которой является получение комплекса действующих веществ в нативном состоянии, свободного от балластных веществ. Для удаления балластных веществ применяется двухстадийная очистка (ультрафильтрация и обращенно-фазовая высокоэффективная жидкостная хроматография).

6. Получение технического продукта и очистка технического продукта (биологическим или химическим методами). Технический продукт – продукт экстракции, содержащий остаточное количество примесей, удаляемых во время доочистки (повторная двухстадийная очистка), и не прошедший стандартизацию.

7. Стандартизация по основным действующим веществам. Содержание определяемых веществ в экстрактах выражают в % (м/об).

Для листьев брусники обыкновенной определяемые вещества при экстракции ацетоном (содержание экстрактивных веществ 12,8 масс. %, содержание флавоноидов 37,0 мг/г) и гексаном (содержание экстрактивных веществ 11,6 масс. %, содержание флавоноидов 35,5 мг/г); для плодов калины обыкновенной – хлороформ (содержание экстрактивных веществ 13,2 масс. %, содержание флавоноидов 110,0 мг/г) и ацетон (содержание экстрактивных веществ 12,5 масс. %, содержание флавоноидов 97,0 мг/г); для плодов облепихи крушиновидной – смесь бензол-этанол 1:2 (содержание экстрактивных веществ 15,0 масс. %, содержание флавоноидов 1,6 мг/г) и смесь этанол-вода 1:2 (содержание экстрактивных веществ 13,2 масс. %, содержание флавоноидов 1,4 мг/г); для плодов шиповника иглистого – гексан (содержание экстрактивных веществ 12,8 масс. %, содержание флавоноидов 5,5 мг/г) и бензол (содержание экстрактивных веществ 12,5 масс. %, содержание флавоноидов 5,3 мг/г); для плодов рябины обыкновенной – вода (содержание экстрактивных веществ 13,5 масс. %, содержание флавоноидов 4,7 мг/г) и этанол (содержание экстрактивных веществ 12,9 масс. %, содержание флавоноидов 4,5 мг/г).

Если в экстракте определяется завышенное содержание действующих веществ, его разбавляют чистым экстрагентом, или смешивают с экстрактом с заниженным содержанием действующих веществ.

8. Упаковка, маркировка, фасовка готовой продукции.

Выводы

В ходе проведенных исследований установлен оптимальный способ очистки экстрактов, полученных на предыдущем этапе исследований [8]. Данный способ заключается в применении двухстадийной очистки (ультрафильтрация и обращенно-фазовая высокоэффективная жидкостная хроматография), позволяющей достичь величин степени очистки экстрактов от балластных веществ в диапазоне 77,7–95,4 %.

В соответствии с анализами результатов разработана технологическая схема получения экстрактов из дикорастущего сырья СФО. Основные стадии технологического процесса производства: подготовка растительного материала; подготовка экстрагента или смеси экстрагентов; получение вытяжки; концентрирование; очистка вытяжки; получение технического продукта; очистка технического продукта; стандартизация по действующим веществам; упаковка, маркировка, фасовка готовой продукции.

Список литературы

1. Просеков, А.Ю. Влияние технологической обработки продовольственного сырья на эффективность видовой идентификации / А.Ю. Просеков, Ю.В. Голубцова, К.А. Шевякова // Пищевая промышленность. – 2014. – № 6. – С. 8–10.

2. Актуальные проблемы экологической безопасности южных регионов Восточной Сибири / А.Н. Петров, Т.И. Морозова, А.Г. Еникеев, Е.А. Матосова // Известия ИГЭА. – 2012. – № 5. – С. 204–208.

3. Herrero, M. Smart investments in sustainable food production: revisiting mixed crop-livestock systems / M. Herrero, P.K. Thornton, A.M. Notenbaert, S. Wood, S. Msangi, H.A. Freeman, D. Bossio, J. Dixon, M. Peters, J. Lynam, R. P. Parthasarathy, S. Macmillan, B. Gerard, J. McDermott, C. Sere, M. Rosegrant Science. – 2010. – № 327. – pp. 822–825.

4. Yach, D. The role and challenges of the food industry in addressing chronic disease / D. Yach, M. Khan, D. Bradley, R. Hargrove, S. Kehoe, G.A. Mensah // Globalization and Health. Forthcoming. – 2010. – № 1. – pp. 6–10.

5. Функциональные свойства кисломолочных продуктов с гидролизатами сывороточных белков / О.В. Королева, Е.Ю. Агаркова, С.Г. Ботина [и др.] // Молочная промышленность. – 2013. – № 11. – С. 52–55.

6. Raudsepp, P. Nutritional quality of berries and bioactive compounds in the leaves of black currant (Ribes nigrum L.) cultivars evaluated in Estonia / P. Raudsepp, H. Kaldmäe, A. Kikas, A. V. Libek, T. Püssa // Journal of Berry Research. – 2010. –№ 1. – pp. 53–59.

7. Дикорастущие лекарственные растения Урала / Е.С. Васфилова, А.С. Третякова, Е.Н. Подгаевская [и др.]. – Екатеринбург: Изд-во Уральского университета, 2014. – 204 с.

8. Garmashov, S.Yu. Technological parameters of countercurrent extraction: deriving bioactive compounds from plant raw materials / S.Yu. Garmashov, Izgaryshev A.V., Kashirskih E.V // Science evolution. – 2016. – № 1. – С. 8–15.

9. Коммерческий оборот дикорастущих лекарственных и ароматических растений в российском секторе Алтае-Саянского экорегиона: природо-охранные аспекты / И. Смелянский, Г. Камалутдинов, М. Рошканюк [и др.]. – Новосибирск, 2009. – 72 с.

10. Исследование качественного и количественного состава флавоноидных соединений густого экстракта первоцвета лекарственного / И.Т. Смелянский, Г.М. Латыпова, З.Р. Романова [и др.] // Химия растительного сырья. – 2009. – № 4. – С. 113–116.

11. Бондаренко, О.В. Методики количественного определения геля с сухими экстрактами арники облиственной и каштана конского / О.В. Бондаренко, О.А. Семкина, И.Н. Зилфикаров // Молодые ученые и фармация XXI века: сборник науч. трудов II науч.-практ. конф. – 2014. – С. 238–242.

12. Биологическая активность соединений из растительных источников / М.Н. Ивашев, А.А. Круглая, И.А. Савенко [и др.] // Фундаментальные исследования. – 2013. – № 10–7. – С. 1482–1484.

13. Savithramma, N. Screening of medicinal plants for secondary metabolites / N. Savithramma, M. Linga Rao, D. Suhrulatha // Middle-East Journal of Scientific Research. – 2011. – № 8. – pp. 579–584.

14. Purugganan, M.D. The nature of selection during plant domestication / M.D. Purugganan, D.Q. Fuller // Nature. – 2010. – № 457. – pp 843–848.

15. Madry, W. Phenotypic diversity in a sample of black currant (Ribes nigrum L.) cultivars maintained in the fruit breeding department at the research institute of pomology and floriculture in Skierniewice / W. Madry, S. Pluta, L. Sieczko, M. Studnicki // Poland. J. Fruit Ornam. Plant Res. – 2010. – № 2. – pp. 23–37.

16. Jordan, DB. Plant cell walls to ethanol / D. B. Jordan, M. J. Bowman, J. D. Braker, B. S. Dien, R. E. Hector, C. C. Lee, J. A. Mertens, K. Wagschal // Biochem J. – 2012. – № 442. – pp. 241–242.

17. Фролова, Н.А. Разработка технологии и товароведная оценка карамели, обогащенной экстрактами из биологически активного растительного и животного сырья / Н.А. Фролова, И.Ю. Резниченко, Н.Ф. Иванкина // Техника и технология пищевых производств. – 2012. – Т. 4. – № 27. – С. 164–170.

18. Lee, S. The anti–influenza virus effect of phellinus igniarius extract / S. Lee, J.I. Kim, J. Heo, I. Lee, S. Park, M.–W. Hwang, J.–Y. Bae, M.S. Park, M.–S. Park, H.J. Park // Journal of Microbiology. – 2013. – Т. 51. – № 5. – P. 676–681.

19. Горбунова, Е.В. Технологические особенности комплексной переработки целых растений фенхеля обыкновенного / Е.В. Горбунова // Техника и технология пищевых производств. – 2013. – № 3. – С. 9–15.

20. Gibson, L.G. The hierarchical structure and mechanics of plant materials // J Royal Soc Interface. –2012. –№ 9. – pp. 2749–2766.

21. Jew, S. Generic and productspecific health claim processes for functional foods across global jurisdictions / S. Jew, C. A. Vanstone, J-M. Antoine, PJ.H. Jones // J Nutr. – 2008. – № 138. – pp. 1228–1236.

22. Технология густого экстракта из травы первоцвета весеннего / Г.М. Латыпова, Р.Я. Давлетшина, В.Н. Бубенчикова, З.Р. Романова // Научные ведомости Белгородского государственного университета. Серия: Медицина. Фармация. – 2011. – Т. 16. – № 22. – С. 226–231.

23. Сидоренко, Т.А. Способы получения экстракта виноградных выжимок и возможности его использования в пищевой промышленности / Т.А. Сидоренко // Пищевая и перерабатывающая промышленность. Реферативный журнал. – 2010. – № 1. – С. 205.

24. Пищевая биотехнология продуктов из сырья растительного происхождения / О.А. Неверова, А.Ю. Просеков, Г.А. Гореликова, В.М. Позняковский. – Н., 2014. – 318 с.

WAYS OF PURIFICATION OF EXTRACTS OBTAINED FROM WILD PLANT RAW MATERIAL OF THE SIBERIAN FEDERAL DISTRICT

L.S. Dyshlyuk *, E.V. Kashirskich, S.Yu. Noskova, A.I. Piskaeva, A.V. Izgaryshev, S.Yu. Garmashov

Kemerovo Institute of Food Science and Technology (University), 47, Boulevard Stroiteley, Kemerovo, 650056, Russia

**e-mail: soldatovals1984@mail.ru*

Received: 22.09.2016
Accepted: 24.10.2016

It is known that the excess of maximum permissible concentrations of harmful substances is observed in the Siberian Federal District. This is a cause of their accumulation in the body which results in health problems and lowering the quality of life. Wild plant raw material is a rich source of alkaloids, glycosides, coumarins, vitamins, essential oils, phenols and other groups of nutrients that provide recovering and protective action. The most promising method of extraction of bioactive compounds from wild plant raw material is extraction leading to obtaining galenicals and neogalenicals. The most important step in extraction of biologically active compounds is purification of extracts from the ballast substances. The paper deals with four ways to purify extracts obtained from wild plant raw material of the Siberian Federal District. The most effective way for purification of extracts has been founded. It is a two-step purification (ultrafiltration and reversed-phase liquid chromatography) which allows us to achieve the quality values of extracts purification from the ballast substances in the range of 77.7–95.4%.The technological scheme of extract production from wild plant raw material of the Siberian Federal District (cowberry (*Vaccinium vitisidaeva L.*) leaves, viburnum fruits (*Viburnum opulus*), sea buckthorn fruits (*Hippophae rhamnoides*), echinated hips (*Rosa acicularis*), mountain ash fruits (*Sorbus aucuparia*) has been developed. The main technological steps of extract production are preparation of wild plant raw materials; preparation of the extractant or a mixture of extractants; obtaining of extracts; concentration; purification of extracts; crude product obtaining; purification of a crude product; standardization for active ingredients; packing, labeling, prepackaging of finished products.

Wild plant raw material, neogalenicals, biologically active ingredients, extraction, purification of extracts, ultrafiltration, reversed-phase liquid chromatography

References

1.Prosekov A.Yu., Golubtsova Yu.V., and Shevyakova K.A. Vliyanie tekhnologicheskoy obrabotki prodovol'stvennogo syr'ya na effektivnost' vidovoy identifikatsii [Influence of Technological Raw Food Treatment on the Effectiveness of Species Identification]. *Pishchevaya promyshlennost'* [Food processing industry], 2014, no. 6, pp. 8–10.

2. Petrov A.N., Morozova T.I., Enikeev A.G., and Matosova E.A. Aktual'nye problemy ekologicheskoy bezopasnosti yuzhnykh regionov Vostochnoy Sibiri [Current problems of environmental security of the south regions of Eastern Siberia]. *Izvestiya IGEHA* [Bulletin of Baikal State University], 2012, no. 5, pp. 204–208.

3. Herrero M., Thornton P.K., Notenbaert A.M., et al. Smart investments in sustainable food production: revisiting mixed crop-livestock systems. *Science*, 2010, vol. 327(5967), pp. 822–825. DOI: https://dx.doi.org/10.1126/science.1183725.

4. Yach D., Khan M., Bradley D., et al. The role and challenges of the food industry in addressing chronic disease. *Globalization and Health. Forthcoming*, 2010, no. 1, pp. 6–10.

5. Korolyova O.V., Agarkova E.Yu., Botina S.G., et al. Funktsional'nye svoystva kislomolochnykh produktov s gidrolizatami syvorotochnykh belkov [Functional properties of fermented milk products with whey protein hydrolysates]. *Molochnaya promyshlennost'* [Dairy industry], 2013, no. 11, pp. 52–55.

6. Raudsepp P., Kaldmäe H., Kikas A., Libek A.V., and Püssa T. Nutritional quality of berries and bioactive compounds in the leaves of black currant (*Ribes nigrum L.)* cultivars evaluated in Estonia. *Journal of Berry Research*, 2010, no. 1, pp. 53–59.

7. Vasfilova E. S. , Tretyakova A.S., Podgaevskaya E.N., et al. *Dikorastushchie lekarstvennye rasteniya Urala* [Growing wild medicinal plants of the Urals]. Ekaterinburg, Ural University Publ., 2014. 204 p.

8. Garmashov S.Yu., Izgaryshev A.V., and Kashirskih E.V. Technological parameters of countercurrent extraction: deriving bioactive compounds from plant raw materials. *Science evolution*, 2016, no. 1, pp. 8–15.

9. Smelyanskiy I., Kamalutdinov G., Roshkanyuk M., et al. *Kommercheskiy oborot dikorastushchikh lekarstvennykh i aromaticheskikh rasteniy v rossiyskom sektore Altae-Sayanskogo ekoregiona: prirodo- okhrannye aspekty* [The commercial turnover of wild medicinal and aromatic plants in the Russian sector of the Altai-Sayan Ecoregion: environmental guarding aspects]. Novosibirsk, 2009. 72 p.

10. Smelyanskiy I.T., Latypova G.M., Romanova Z.R., et al. Issledovanie kachestvennogo i kolichestvennogo sostava flavonoidnykh soedineniy gustogo ekstrakta pervotsveta lekarstvennogo [The study of qualitative and quantitative composition of the flavonoid compounds primrose extract thick drug]. *Khimiia rastitel'nogo syr'ia* [Chemistry of plant raw material], 2009, no. 4, pp. 113–116.

11. Bondarenko O.V., Semkina O.A., and Zilfikarov I.N. Metodiki kolichestvennogo opredeleniya gelya s sukhimi ekstraktami arniki oblistvennoy i kashtana konskogo [Techniques for the quantitative determination of the gel with the dry extracts of arnica and leafy chestnut]. *Sbornik nauchnykh trudov vtoroy nauchno–prakticheskoy konferentsii "Molodye uchenye i farmatsiya XXI veka"* [Collection of scientific works of the second scientific-practical conference "Young scientists and pharmacy of the XXI century"], 2014, pp. 238–242.

12. Ivashev M.N., Kruglaya A.A., and Savenko I.A. Biologicheskaya aktivnost' soedineniy iz rastitel'nykh istochnikov [Biologically active compounds from plant sources]. *Fundamental'nye issledovaniya* [Fundamental research], 2013, no. 10, part 7, pp. 1482–1484.

13. Savithramma N., Linga Rao M., and Suhrulatha D. Screening of medicinal plants for secondary metabolites. *Middle-East Journal of Scientific Research*, 2011, no. 8, pp. 579–584.

14. Purugganan M.D. and Fuller D.Q. The nature of selection during plant domestication. *Nature*, 2010, no. 457, pp. 843–848.

15. Madry W., Pluta S., Sieczko L., and Studnicki M. Phenotypic diversity in a sample of black currant (*Ribes nigrum L.*) cultivars maintained in the fruit breeding department at the research institute of pomology and floriculture in Skierniewice. *Poland. J. Fruit Ornam. Plant Res.*, 2010, no. 2, pp. 23–37.

16. Jordan D.B., Bowman M.J., and Braker J.D. Plant cell walls to ethanol. *Biochem J.*, 2012, no. 442, pp. 241–242.

17. Frolova N.A., Reznichenko I.Yu., and Ivankina N.F. Razrabotka tekhnologii i tovarovednaya otsenka karameli, obogashchennoy ekstraktami iz biologicheski aktivnogo rastitel'nogo i zhivotnogo syr'ya [Technology and evaluation of hard-boiled sweets enriched with biologically active plant and animal raw materials extracts]. *Tekhnika i tekhnologiya pishchevykh proizvodstv* [Food Processing: Techniques and Technology], 2012, vol. 27, no. 4, pp. 164–170.

18. Lee S., Kim J.I., and Heo J. The anti–influenza virus effect of Phellinus igniarius extract. *Journal of Microbiology*, 2013, vol. 51, no. 5, pp. 676–681.

19. Gorbunova, E.V. Tekhnologicheskie osobennosti kompleksnoy pererabotki tselykh rasteniy fenkhelya obyknovennogo [Technological features of complex processing of the whole plants of fennel ordinary]. *Tekhnika i tekhnologiya pishchevykh proizvodstv* [Food Processing: Techniques and Technology], 2013, vol. 30, no. 3, pp. 9–15.

20. Gibson L.G. The hierarchical structure and mechanics of plant materials. *J. Royal. Soc. Interface*, 2012, no. 9, pp. 2749–2766.

21. Jew S., Vanstone C.A., Antoine J-M., and Jones PJ.H. Generic and productspecific health claim processes for functional foods across global jurisdictions. *J. Nutr*., 2008, no. 138, pp. 1228–1236.

22. Latypova G.M., Davletshina R.Ya., Bubenchikova V.N., and Romanova Z.R. Tekhnologiya gustogo ehkstrakta iz travy pervocveta vesennego [Technology for obtaining dense extract from the herbaceous part of primula officinalis]. *Nauchnye vedomosti Belgorodskogo gosudarstvennogo universiteta. Seriya: Medicina. Farmaciya* [Belgorod State University Scientific bulletin. Medicine. Pharmacy], 2011, vol. 16, no. 22, pp. 226–231.

23. Sidorenko T.A. Sposoby polucheniya ekstrakta vinogradnykh vyzhimok i vozmozhnosti ego ispol'zovaniya v pishchevoy promyshlennosti [Methods for producing of the extract grape marc and the possibility of its use in the food industry]. *Pishchevaya i pererabatyvayushchaya promyshlennost'. Referativnyj zhurnal* [Food and processing industry. Abstract Journal], 2010, no. 1, pp. 205.

24. Neverova O.A., Prosekov A.Yu., Gorelikova G.A., and Pozdnyakovskiy V.M. *Pishchevaya biotehnologiya produktov iz syr'ya rastitel'nogo proishozhdeniya* [Food biotechnology of products from of vegetable origin raw materials]. Novosibirsk, Sib. Univ. Publ., 2014. 318 p.

Дополнительная информация / Additional Information

Анализ способов очистки экстрактов из дикорастущего сырья Сибирского федерального округа / Л.С. Дышлюк, Е.В. Каширских, С.Ю. Носкова, А.И. Пискаева, А.В. Изгарышев, С.Ю. Гармашов // Техника и технология пищевых производств. – 2016. – Т. 43. – № 4. – С. 12–21.

Dyshlyuk L. S., Kashirskich E. V., Noskova S. Yu., Piskaeva A. I., Izgaryshev A. V., Garmashov S. Yu. Ways of purification of extracts obtained from wild plant raw material of the Siberian Federal District. *Food Processing: Techniques and Technology*, 2016, vol. 43, no. 4, pp. 12–21. (In Russ.).

Дышлюк Любовь Сергеевна
канд. биол. наук, старший преподаватель кафедры бионанотехнологии, ФГБОУ ВО «Кемеровский технологический институт пищевой промышленности (университет)», 650056, Россия, г. Кемерово, б-р Строителей, 47, тел.: +7 (3842) 39-05-37, e-mail: soldatovals1984@mail.ru

Каширских Егор Владимирович
аспирант кафедры бионанотехнологии, ФГБОУ ВО «Кемеровский технологический институт пищевой промышленности (университет)», 650056, Россия, г. Кемерово, б-р Строителей, 47

Носкова Светлана Юрьевна
канд. техн. наук, старший преподаватель кафедры бионанотехнологии, ФГБОУ ВО «Кемеровский технологический институт пищевой промышленности (университет)», 650056, Россия, г. Кемерово, б-р Строителей, 47

Пискаева Анастасия Игоревна
аспирант кафедры бионанотехнологии, ФГБОУ ВО «Кемеровский технологический институт пищевой промышленности (университет)», 650056, Россия, г. Кемерово, б-р Строителей, 47, тел.: +7 (3842) 39-68-73, e-mail: a_piskaeva@mail.ru

Lyubov S. Dyshlyuk
Cand.Sci.(Biol.), Senior Lecturer of the Department of Bionanotechnology, Kemerovo Institute of Food Science and Technology (University), 47, Boulevard Stroiteley, Kemerovo, 650056, Russia, phone: +7 (3842) 39-05-37, e-mail: soldatovals1984@mail.ru

Egor V. Kashirskikh
Postgraduate studen of the Department of Bionanotechnology, Kemerovo Institute of Food Science and Technology (University)», 47, Boulevard Stroiteley, Kemerovo, 650056, Russia

Svetlana Yu. Noskova
Cand.Sci.(Eng.), Senior Lecturer of the Department of Bionanotechnology, Kemerovo Institute of Food Science and Technology (University), 47, Boulevard Stroiteley, Kemerovo, 650056, Russia

Anastasia I. Piskaeva
Postgraduate studen of the Department of Bionanotechnology, Kemerovo Institute of Food Science and Technology (University)», 47, Boulevard Stroiteley, Kemerovo, 650056, Russia, phone: +7 (3842) 39-68-73, e-mail: a_piskaeva@mail.ru

Изгарышев Александр Викторович
канд. техн. наук, старший преподаватель кафедры бионанотехнологии, ФГБОУ ВО «Кемеровский технологический институт пищевой промышленности (университет)», 650056, Россия, г. Кемерово, б-р Строителей, 47

Гармашов Сергей Юрьевич
аспирант кафедры бионанотехнологии, ФГБОУ ВО «Кемеровский технологический институт пищевой промышленности (университет)», 650056, Россия, г. Кемерово, б-р Строителей, 47

Aleksandr V. Izgaryshev
Cand.Sci.(Eng.), Senior Lecturer of the Department of Bionanotechnology, Kemerovo Institute of Food Science and Technology (University), 47, Boulevard Stroiteley, Kemerovo, 650056, Russia

Sergey Yu. Garmashov
Postgraduate studen of the Department of Bionanotechnology, Kemerovo Institute of Food Science and Technology (University)», 47, Boulevard Stroiteley, Kemerovo, 650056, Russia