

ТЕХНОЛОГИИ ИЗВЛЕЧЕНИЯ ТАНИНА ИЗ ЗЕРЕН ГРАНАТА

Ш.Н.Мамарасулов*Самаркандский государственный университет ветеринарной
медицины, животноводства и биотехнологий**E-mail: shohruxmamarasulov770@gmail.com**ORCID=0009-0001-4844-2524*

Абстрактный. В данной статье описана технология извлечения танина из зерен граната с помощью современных технологий.

Ключевые слова. современные технологии, гранат, танин, технология

Введение и актуальность темы. Таннины относятся к группе фенольных соединений растительного происхождения с молекулярной массой от 500 до 3000, содержащих большое количество гидроксильных групп. В воде, этиловом спирте и глицерине таннины, в зависимости от молекулярной массы, образуют истинные или коллоидные растворы, имеющие слабокислую реакцию. Различают гидролизуемые и конденсированные (негидролизуемые) таннины. Гидролизуемые таннины представляют собой сложные эфиры галловой кислоты или родственных ей дигалловой и тригалловой кислот с многоатомным спиртом (например, глюкозой). Следовательно, для гидролизуемых таннинов характерно наличие ароматических структур с карбоксильными и фенольными группами. Таннины такого строения легко поддается кислотному и щелочному гидролизу с образованием углеводов и фенолкарбоновых кислот

Punica granatum L. (Punicaceae), обычно называемый гранатом, является одним из самых популярных фруктов в мире благодаря своему приятному вкусу, высокой питательной ценности и многим медицинским свойствам.

Эксперимент 1. Выбор оптимальных режимов экстракции. В ходе экспериментальных исследований кожуру граната влажностью 78% вручную отделяли от семян и сушили конвекционным методом при температуре 500С до достижения влажности 11-13%; Шлифован на оборудовании ИКА А10; количество влаги определяли на анализаторе МВ 45; С объекта было отобрано 6 проб одинаковой массы и экстрагировано в 2 циклах при одинаковых времени и температуре. В 1-м опыте его экстрагировали дистиллированной водой, а во 2-м - 30-процентным спиртовым раствором (30-процентный раствор готовили путем смешивания 96-процентного этанола с дистиллированной водой до достижения плотности 0,9622 г/см³). Лимонная кислота составляет 1% (2,5 г) в каждом экспериментальном растворе. Это оптимально для полного разделения веществ в процессе экстракции. Если разделение проводить при температуре 600С в течение 3 часов, то установлено, что полифенольные вещества (ароматизаторы, красители) полностью переходят в раствор. Плотность экстрактов определяли пикнометром, содержание сухого вещества - рефрактометром (RX5000), кислотность - рН-метром (150MI).

Количество добавок в кожуре граната в дистиллированной воде и водно-спиртовых растворителях при 60⁰С

1% лимон кислота қўшилган, 250 мл дистилланган сув харорати 60 ⁰ С					
Вақт	Намуна	Эритма зичиги, г/см ³	Эритма куруқ модда микдори, brix	Эритма кислоталилиги	Левентал усулида таннин микдори, г/л
2 соат	50 г	1,079	10 %	3,40	14,8
3 соат	50 г	1,084	10,5%	3,35	15
4 соат	50 г	1,086	10,8%	3,33	15,1
1% лимон кислота қўшилган, 250 мл сув-спирт харорати 60 ⁰ С					
2 соат	50 г	1,049	10,6 %	3,35	11,6
3 соат	50 г	1,0494	10,8%	3,23	12,2
4 соат	50 г	1,0496	11,2%	3,20	12,1

Как видно из этой таблицы, экстракция кожуры граната в водном растворе при температуре 60 °С в течение 3 часов является оптимальной средой для извлечения полифенольных, флавоноидных групп.

Эксперимент 2. Определение количества минеральных веществ в кожухах граната.

Материалы и методы исследования.

Спектрометры атомно-абсорбционные Nov AA 350, окислителем марки Preeket Торех+.

Условия проведения испытаний: температура 20,0-22,0⁰С; влажность 45,0-55,0%; давление 730-745 мм.рт.ст.

На следующем этапе метод сжигания пробы окислителем марки Preeket Торех+ (ГОСТ 31671-2012 EN 13805:2002). Навеску измельченной кожуры массой 0,5 г помещали в колбу. В каждую колбу налили по 5 мл химически чистой азотной кислоты. Колбы закрыли плотной крышкой, в которой имеется отверстие для выхода избыточного пара в колбе, защищенной пластиковой прокладкой. На следующем этапе исследовали количество элементов Mg, K, Ca, Zn методом атомно-адсорбционной спектроскопии на приборе марки Nov AA 350 (Германия, по ГОСТ 32343-2013).

Исследуемые образцы в собранном виде, помещали в микроволновую систему. При этом в корпус с нулевой колбой, помещали датчик измерения температуры и давления. Первый разогрев провели до температуры 140 °С и держали в течении 2 мин, второй – до температуры 180 °С и держали в течении 15 мин. третий – до температуры 190 °С и держали в течении 15 мин. Допустимое давление 45 атмосфер, если оно будет превышено в процессе работы микроволновой системы, то система автоматически отключится. По окончании сжигания пробы система охлаждается.

Подправили концентрации полученных образцов. Для определения Mg брали 1мл аликвод, 70 мл дистиллированной воды, разбавили водой; для определения кальция Ca брали 1мл аликвод, разбавили с 10 мл дистиллированной воды; для определения цинка Zn учун брали 1 мл аликвод, разбавили с 2 мл дистиллированной воды; для определения калия К брали 1 мл аликвод, разбавили

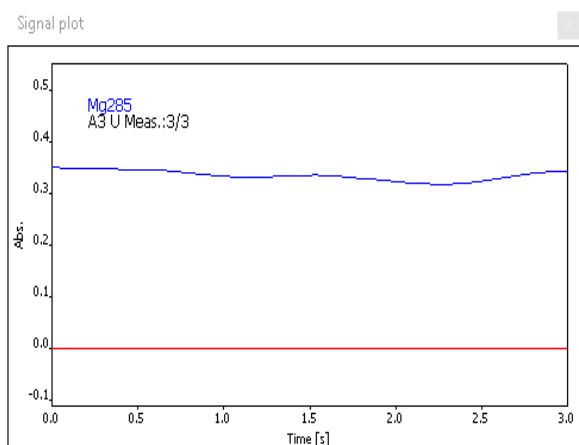
с 140 мл дистиллированной воды. Содержимое стаканы перемешивали стеклянной палочкой до получения однородной массы.

Спектрометры атомно-абсорбционные Nov AA 350 предназначены для измерения массовой концентрации элементов в водных растворах продуктов питания, почвах, биологических объектах и т.п. в соответствии с аттестованными и стандартизованными методами.

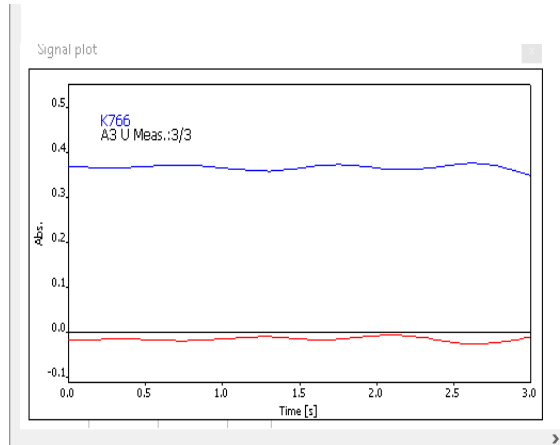
Диапазон спектра 185-900 нм. Фотометрический диапазон 0-3 абс.

Проведены эксперименты по определению количественного состава микроэлементов. Mg по резонансной линии 285,2 нм, фотометрический диапазон 0,4 абс, Ca 422,6 нм, фотометрический диапазон 0,6 абс, Zn 213,8 нм фотометрический диапазон 0,2 абс и K 766,5 нм фотометрический диапазон 0,5 абс.

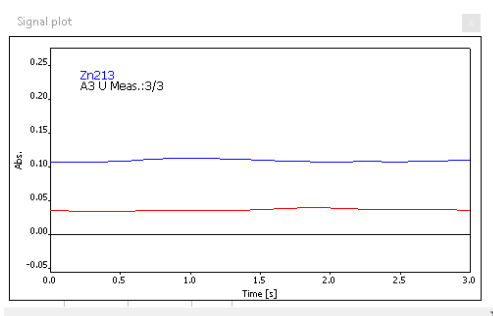
Mg



K



Zn



Ca

540 novAA 350 Tech File

tools: View Method Development Routine Editor Service Window ?

Meth: Cal method Seq: Untitled Sample: Untitled analytika

SequenceResults Sequence Results Overview

No.	Type/Name	Pos	No.	Name	Line	Unit	Conc2	SDC	RSD%	Cf	Abs.	SD(Abs)	Date	Time	Single values(Abs)
1	Autzero		1	Autzero	Ce422	mg/L					0.00000		05.11.2021	13:57	
2	A1 T	1	2	A1 T	Ce422	mg/kg	2794	35.02	1.3	441.3	0.66569	0.00862	05.11.2021	13:57	0.66774 0.65972 0.67349
3	A1 T	2	3	A1 T	Ce422	mg/kg	1663	48.26	2.9	256.3	0.33793	0.01175	05.11.2021	13:58	0.41085 0.38660 0.39744
4	A2 U	3	4	A2 U	Ce422	mg/kg	3153	214.4	6.8	588.7	0.76059	0.05219	05.11.2021	13:58	0.68862 0.77215 0.70360
5	A3 U	4	5	A3 U	Ce422	mg/kg	3441	202.0	5.9	555.1	0.92071	0.04827	05.11.2021	13:59	0.89157 0.78297 0.82763

Если фотометрический диапазон с 0,2 до 0,8 абс, то при помощи закона Бугер Ламберт Бера определим количество. Из результатов видно, что фотометрический диапазон определяемых металлов находится в диапазоне 0,2-0,8 абс.

- $$X_{Mg} = \frac{A1}{C1} * \frac{A2}{C2} = \frac{1}{70} * \frac{3116}{1} = 44,514 / (100 - 11\%) * 100 = 50,016 \text{ мг/кг}$$
- $$X_K = \frac{A1}{C1} * \frac{A2}{C2} = \frac{1}{140} * \frac{24865}{1} = 177,607 / (100 - 11\%) * 100 = 199,558 \text{ мг/кг}$$
- $$X_{Ca} = \frac{A1}{C1} * \frac{A2}{C2} = \frac{1}{10} * \frac{3297}{1} = 329,7 / (100 - 11\%) * 100 = 370,449 \text{ мг/кг}$$
- $$X_{Zn} = \frac{A1}{C1} * \frac{A2}{C2} = \frac{1}{2} * \frac{7,1}{1} = 3,55 / (100 - 11\%) * 100 = 3,988 \text{ мг/кг}$$

Химический состав минеральных веществ

Наименование показателя	Содержание ингредиента (мг/кг)
	Сорт кизыл анор (Узбекистан)
Mg (магний)	50
K (калий)	200
Ca (кальций)	370
Zn (цинк)	4

Эксперимент 3. Экстракция танинов. При разделении гравиметрические или количественные методы основаны на количественном осаждении танина желатином, ионами тяжелых металлов. Приготовление 2,5% раствора желатина. 2,5±0,01 г желатина растворяют в 100 мл дистиллированной воды и оставляют на 30 минут в темном месте. Приготовление 10% раствора хлорида натрия (NaCl). 50±0,01 г NaCl растворить в 500 мл дистиллированной воды и дать постоять 30 минут в темном месте. Через 30 минут раствор желатина удаляют, лишнюю воду сливают и заливают 10% раствором NaCl. К измельченному экстракту семян граната добавляют раствор желатина и соли в соотношении 1:1, в результате чего образуется белый мутный осадок. Выпавший осадок представляет собой осадок танина и желатина. Осадок выделяли в фильтрате и сушили на водяной бане при 40-45 °С. 5,35 г полифенольного соединения (ароматизатор) экстрагировали из 450 мл экстракта. Органолептические показатели полученного вещества сравнивали со стандартным танином и изучали области применения.

Эксперимент 4. Определение содержания танинов методом высокоэффективной жидкостной хроматографии.

Материалы и методы исследования.

Анализ танинов проводился с помощью ВЭЖХ с использованием режима градиентного элюирования и диодно-матричного детектора (ДАД). В качестве подвижной фазы использовали ацетонитрил и буферный раствор. Спектральные данные исследованы в спектральном диапазоне от 200 до 400 нм.

Условия хроматографирования:

Подвижная фаза (изократический режим) – ацетонитрил – буферный раствор pH=2.92 (30 : 70)

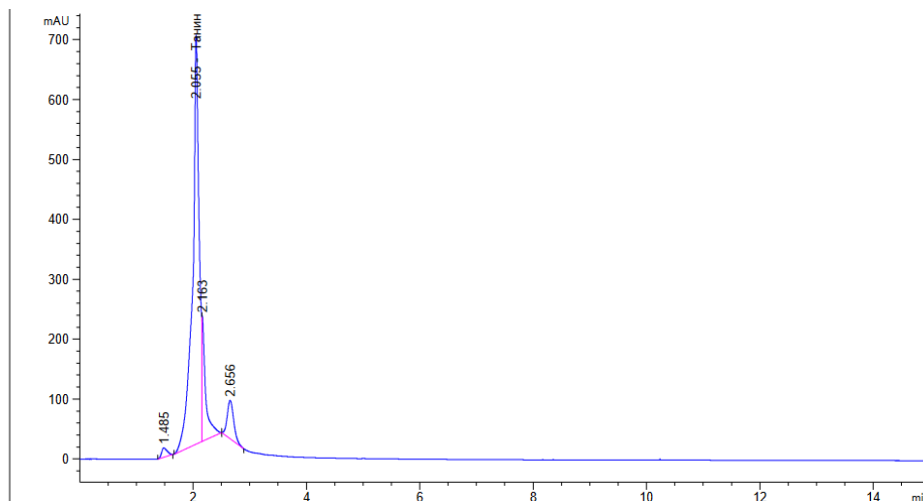
Объем инъекции – 5 мкл.

Скорость подвижной фазы – 0,75 мл/мин.

Колонка – Eclipse XDB – C18. 5,0 мкм, 4,6x250мм.

Детектор – диодно-матричного детектора, длина волны 254.

Образец 1.

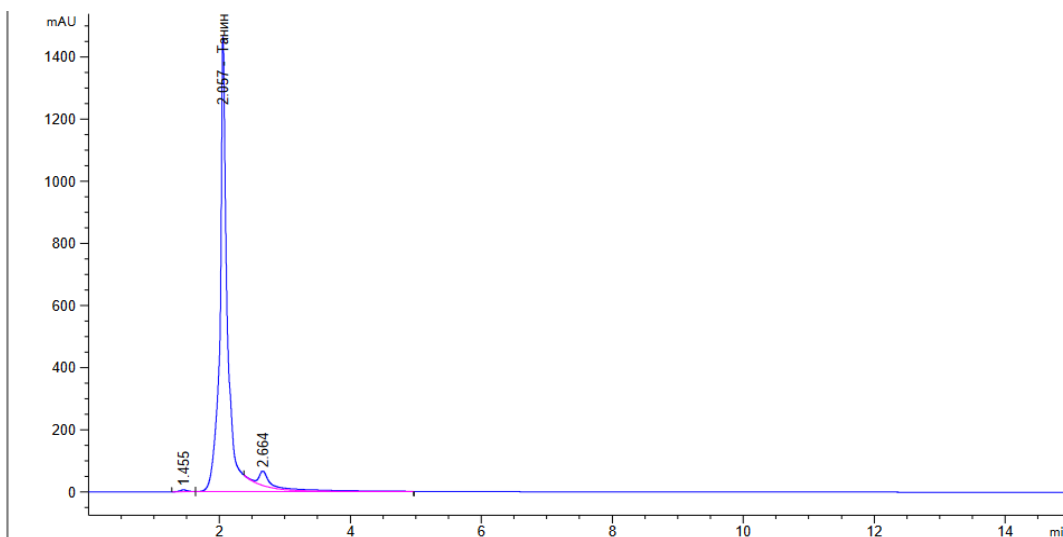


1	1.485	BB	0.0997	105.43856	1.4902
2	2.055	BV	0.1074	5501.67432	77.7572 Танин
3	2.163	VB	0.0640	950.84082	13.4386

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [mAU*s]	Area %	Name
4	2.656	BB	0.1238	517.49664	7.3140	

Totals : 7075.45034

Образец 2.

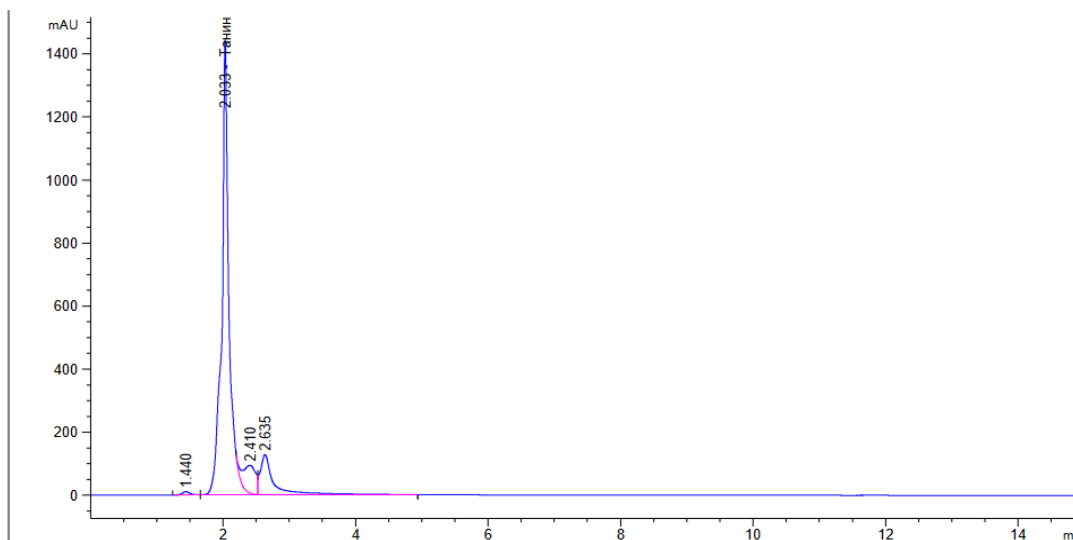


1	1.455	BB	0.1123	49.24075	0.3791
2	2.057	BV R	0.1114	1.21678e4	93.6775 Танин
3	2.163		0.0000	0.00000	0.0000

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [mAU*s]	Area %	Name
4	2.664	VB E	0.2263	771.99591	5.9434	

Totals : 1.29891e4

Образец 3.



1	1.440	BB	0.1117	87.70153	0.6243 ?
2	1.485		0.0000	0.00000	0.0000
3	2.033	BV R	0.1024	1.09333e4	77.8276 Танин

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [mAU*s]	Area %	Name
4	2.163		0.0000	0.00000	0.0000	
5	2.410	VV E	0.1909	1162.55249	8.2755 ?	
6	2.635	VB E	0.2017	1864.53113	13.2725	

Totals : 1.40480e4

Список литературы

1. Ульбаев, Т. С., Базаева, М. Г., Мансуров, Г. Н., & Юнусов, Х. Б. (2013). О возможных причинах самовозгорания торфа. *Российский социально-гуманитарный журнал*, (1), 48.
2. Захаров, С. Л., Юнусов, Х. Б., & Алексеенков, С. А. (2014). Интенсификация процесса предочистки. *Естественные и технические науки*, (6), 118-122.
3. Юнусов, Х. Б., & Захаров, С. Л. (2012). Разработка интегрированных методов глубокой очистки воды на основе баромембранных процессов и электрохимических технологий. *Химическое и нефтегазовое машиностроение*, (1), 38-41.
4. Mamarasulov, S., Sultanova, S., & Xudayberganov, S. (2023). PESTITSID BILAN ISHLOV BERILGAN SHAROB MATERIALLARINING MINERAL TARKIBINI O'RGANISH. *AGROBIOTEXNOLOGIYA VA VETERINARIYA TIBBIYOTI ILMIY JURNALI*, 2(11), 36-40.