

**СРАВНЕНИЕ ЭФФЕКТИВНОСТИ ВИБРОМАГНИТНОГО И УЛЬТРАЗВУКОВОГО МЕТОДОВ
ЭКСТРАКЦИИ ОРГАНИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ САПРОПЕЛЯ В ВОДНОЙ СРЕДЕ**

В.А. Коршиков

Научный руководитель: профессор, д.х.н. Г.Л. Рыжова

Национальный исследовательский Томский государственный университет,

Россия, г. Томск, пр-т Ленина, 36, 634050.

E-mail: v.a.korshikov@gmail.com

**COMPARISON OF EFFICIENCY OF VIBROMAGNETIC AND ULTRASONIC METHODS OF
ORGANIC COMPOUNDS EXTRACTION FROM SAPROPEL IN THE WATER ENVIRONMENT**

V.A. Korshikov

Scientific supervisor: Prof., Dr G.L. Ryzhova

National Research Tomsk State University, Russia, Tomsk, Lenin str., 36, 634050.

E-mail: v.a.korshikov@gmail.com

***Abstract.** The aim of this investigation was to compare the influence of aqueous vibromagnetic-assisted and ultrasonic-assisted extraction on the qualitative and quantitative composition of the fatty acids (FA) obtained from the sapropel of Karasevoye lake (Russia, Tomsk Region, Chazhemto). It has been shown that the use of vibromagnetic extraction allows to extract 1.42 times more lipids from sapropel. Investigation by GC-MS method has showed that fatty acids complex obtained by vibromagnetic-assisted extraction comprises 2 times more saturated FA and up to 5 times more unsaturated FA. An information obtained during this investigation can be further used to create functional products based on sapropel, and analytical methods for controlling production of such products.*

Введение. Сапропели пресноводных озер богаты органическими биологически активными соединениями, которые представлены, в основном, гуминовыми веществами и липидными соединениями. Липиды из сапропеля традиционно извлекаются органическими растворителями (этанол, хлороформ, диэтиловый эфир и их смеси), что делает экстракты малопригодными для дальнейшего использования в качестве косметологических и лечебных продуктов. Разработка новых, интенсифицированных способов экстракции биологически активных веществ (БАВ) с применением различных физико-механических воздействий (ультразвуковое, кавитационное, пульсационное, вибрационно-магнитное) и воды в качестве экстрагента из сапропеля решает одновременно несколько ключевых проблем, затрудняющих переработку этого сырья в экологически безопасные продукты косметического и лекарственного назначения [1–3]. Цель данного исследования в том, чтобы количественно сопоставить эффективность двух методов интенсивной экстракции БАВ из сапропеля – водной вибромагнитной экстракции и водной ультразвуковой экстракции; методом хромато-масс-спектрометрии определить содержание жирных кислот (ЖК), извлекаемых в свободном и связанном виде в ходе экстракции интенсивными методами.

Материалы и методы исследования. Сапропель озера Карасёвое предоставлен санаторием «Чажемто» (Томская область). Для приготовления экстракционных смесей и метилирования ЖК использовали: хлороформ, метанол, этанол, гексан, диэтиловый эфир, конц. HCl х.ч. Отбор проб

проводился согласно ГОСТ 17.4.4.02-84. Для количественной оценки содержания метиловых эфиров жирных кислот (МЭЖК) использовали стандарт метилового эфира лауриновой кислоты с содержанием основного вещества 99,5%. Содержание липидов, а также содержание жирных кислот в экстрактах определяли в двух образцах: водный экстракт сапропеля, полученный с помощью ультразвуковой экстракции (образец 1) и водный экстракт сапропеля, полученный с помощью вибромагнитной экстракции (образец 2). Для получения образца 1 сапропель подвергали водной ультразвуковой экстракции (УЗЭ) в течение 30 минут при температуре в интервале 22–25 °С и атмосферном давлении. Соотношение сырья и экстрагента составило 1:4. Параметры ультразвукового воздействия: частота 35 кГц, мощность 240 В. Полученный экстракт (жидкую фазу) отделяли от твердого остатка на центрифуге, твердый остаток отбрасывали. Для получения образца 2 сапропель подвергали водной вибромагнитной экстракции (ВМЭ) в реакторе запатентованной конструкции [4] в течение 120 минут при температуре в интервале 22–25 °С и атмосферном давлении. Соотношение сырья и экстрагента составило 1:4. Были использованы те же параметры вибромагнитного воздействия, что и в работе [5]. Полученный экстракт (жидкую фазу) отделяли от твердого остатка на центрифуге, твердый остаток отбрасывали. Липиды выделяли из каждого полученного образца следующим образом смесью этанол–хлороформ. Растворитель из липидной фракции удаляли на ротационном испарителе при температуре не выше 50°С. Выход липидов рассчитывали с пересчетом на массу абсолютно сухого сырья (% а.с.с.). Сухие остатки липидов из образцов 1 и 2 омыляли раствором КОН в 70%-ном этаноле (рН 10-12), после чего ЖК экстрагировали смесью диэтиловый эфир–гексан. Растворитель удаляли на ротационном испарителе. Затем ЖК переводили в метиловые эфиры жирных кислот (МЭЖК) реакцией этерификации при помощи 4% р-ра HCl в метаноле. МЭЖК экстрагировали смесью диэтиловый эфир–гексан. Растворитель удаляли на ротационном испарителе в тех же условиях, затем сухой экстракт растворяли в 1 мл хлороформа. Полученные растворы МЭЖК в хлороформе использовали для качественного и количественного определения МЭЖК методом ГХ-МС. Разделение проводили на 20 м колонке HP-1 (США) в режиме программирования температуры: 150°С (3 мин)/5°С мин/280°С (15 мин), температура испарителя 280°С, ввод 1 мкл пробы с делением потока 40:1, энергия ионизации 70 эВ. Качественный анализ МЭЖК проведен по хроматограммам по полному ионному току (ПИТ) сравнением полученных масс-спектров с библиотекой спектров фирмы NIST 03. Для количественной оценки МЭЖК использовали метод эталонной добавки. К 400 мкл образца добавляли 200 мкл стандарта (МЭ лауриновой кислоты, раствор в хлороформе концентрацией 0.1 мг/мл). Спектры регистрировали в режиме селективного ионного мониторинга (СИМ) по молекулярным ионам и 9 характеристическим ионам m/e : 74, 87, 55, 41, 79, 67, 43, 81, 98. Содержание ЖК рассчитывали с пересчетом на объем экстракта (мкг/мл).

Результаты и обсуждение. Методом гравиметрии была установлена зависимость между временем воздействия интенсифицирующего фактора экстракции (ВМЭ и УЗЭ) и выходом экстрактивных веществ. Результаты представлены на рис. 1. Из представленной диаграммы следует, что в случае ВМЭ, извлекаемое количество липидов плавно возрастает с течением времени, достигая 2,5 % а.с.с. при времени воздействия 120 минут. В случае УЗЭ содержание липидов в экстракте возрастает первые 30 минут, достигая 1,8 % а.с.с., после чего несколько снижается. В таблице 1 представлены результаты количественного определения насыщенных и ненасыщенных ЖК в экстрактах. Полученные

данные демонстрируют, что применение ВМЭ позволяет извлечь в 2,3 раза больше свободных и связанных жирных кислот, по сравнению с УЗЭ.

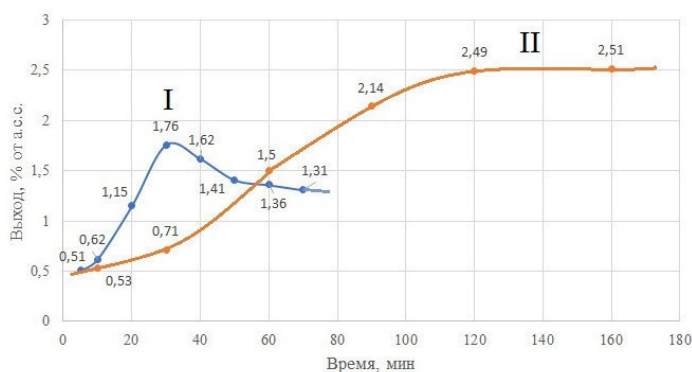


Рис. 1. Зависимость содержания липидов в водном экстракте сапропеля от времени воздействия: I – ультразвукового; II – вибромагнитного

Таблица 1

Сравнительные результаты количественного определения содержания ЖК в исследуемых образцах

Группа соединений	Содержание (мкг/мл)	
	Образец 1	Образец 2
МЭ насыщенных ЖК	28,7	12,23
МЭ мононенасыщенных ЖК	1,0	0,19
МЭ полиненасыщенных ЖК	0,5	0,21
Суммарное содержание МЭ ЖК	30,2	12,7

Заключение. Методом гравиметрии установлено, что ВМЭ позволяет извлечь из сапропеля в водную фазу на 42% больше липидов, чем УЗЭ. Анализ содержания свободных и связанных кислот в экстрактах методом ГХ-МС показывает, что экстракт, полученный с помощью ВМЭ содержит большее число соединений, чем ультразвуковой экстракт – 21 и 19 кислот соответственно. Их общее количество выше в 2,3 раза, при этом содержание насыщенных и полиненасыщенных ЖК при использовании ВМЭ в сравнении с УЗЭ повышается в 2,3 раза, а содержание мононенасыщенных ЖК повышается в 5,26 раз.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Jaeschke DP, Rech R, Marczak LD, Mercali GD. // Bioresour. Technol. – 2017. – V. 224. – P. 753-757.
2. Дычко К.А., Рыжова Г.Л., Тюнина М.А. и др. // Журнал прикладной химии. – 2012. – Т. 85. – № 9. – С. 1408-1416
3. Рыжова Г.Л., Тюнина М.А., Дычко К.А. // Журнал аналитической химии. 2013. – Т. 68. – № 8. – С. 808-814
4. Пат. 2010105323/22 РФ. Многофункциональное устройство для переработки природного органического сырья в жидкой среде / К.А. Дычко, Г.Л. Рыжова, В.А. Данекер, С.В. Рикконен, В.Н. Воронин, М.А. Тюнина. заявл. 15.02.2010; опубл. 10.09.2010, Бюл. № 25. – 4 с.
5. Дычко К. А., Коршиков В.А., Рыжова Г. Л. // Химия растительного сырья. – 2017. – № 4. – С. 195-202.