ХИМИЧЕСКАЯ ТЕХНОЛОГИЯ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОПТИМАЛЬНЫХ ПАРАМЕТРОВ ЭКСТРАКЦИИ ВЕЩЕСТВ ИЗ КОРЫ СОСНЫ

Шудегова Мария Дмитриевна
магистрант,
Московский государственный университет пищевых производств,
РФ, г. Москва
E-mail: shudegovamaria@ya.ru

Краснова Юлия Валерьевна
канд. техн. наук,
Московский государственный университет пищевых производств,
РФ, г. Москва
E-mail: krasnovayv@mgupp.ru

Бутова Светлана Николаевна
профессор, д-р биол. наук, академик РАЕН,
Московский государственный университет пищевых производств,
РФ, г. Москва
E-mail: ButovaSN@mgupp.ru

DETERMINATION OF OPTIMAL PARAMETERS OF SUBSTANCE EXTRACTION FROM PINE BARK

Maria Shudegova
Master student,
Moscow State University of Food Production,
Moscow, Russia

Yulia Krasnova
Candidate of Engineering Sciences,
Moscow State University of Food Production,
Moscow, Russia

Svetlana Butova
Full Professor, Doctor of Biological Sciences,
Academician of the Russian Academy of Natural Sciences,
Moscow State University of Food Production,
Moscow, Russia

АННОТАЦИЯ

Использование экстрактивных веществ из коры сосны обыкновенной (лат. *Pinus sylvestris L.*) имеет практическое значение при разработке косметических средств, благодаря входящим в её состав фенольным соединениям, обладающим антиоксидантными свойствами. Подобраны оптимальные параметры экстракции коры сосны: вид и концентрация экстрагента – 2% раствор гидроксида натрия; значение температуры экстракции – 100 °С; продолжительность экстракции – 1 час; значение гидромодуля – 1:40. Полученный экстракт коры сосны обыкновенной содержит в своем составе значительное количество флавоноидов, дубильных веществ, проантоцианидинов, что позволяет применять его в качестве биологически активного компонента в составе косметики.

ABSTRACT

The use of extractives from the bark of pine (*Pinus sylvestris L.*) is of practical importance in the development of cosmetics, thanks to its constituent phenolic compounds with antioxidant properties. Optimal parameters of pine bark extraction are determined as following: type and concentration of extragent – 2% sodium hydroxide solution; extraction temperature value – 100 °C; extraction duration – 1 hour; hydromodule ratio – 1:40. The resulting pine bark extract has significant number of flavonoids, tannins and proanthocyanidins that allows it to be used as biologically active component of cosmetics.

Библиографическое описание: Шудегова М.Д., Краснова Ю.В., Бутова С.Н. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОПТИМАЛЬНЫХ ПАРАМЕТРОВ ЭКСТРАКЦИИ ВЕЩЕСТВ ИЗ КОРЫ СОСНЫ // Universum: технические науки : электрон. научн. журн. 2022. 6(99). URL: *https://7universum.com/ru/tech/archive/item/13971*

Ключевые слова: флавоноиды, проантоцианидины, косметика, экстракция, сосна обыкновенная, экстракт коры сосны.

Keywords: flavonoinds, proanthocyanidins, cosmetics, extraction, Pinus sylvestris, pine bark extract.

Введение. Известно, что фенольные соединения растений имеют высокую биологическую активность [14, с. 6], то есть способны оказывать влияние на функционирование организма человека или животного [25, с. 13]. Фенольные соединения – довольно обширный класс веществ, включающий в себя, в частности, флавоноиды – сильнейшие природные антиоксиданты [12, с. 464]. Ряд научных исследований подтверждает, что среди всех флавоноидов наибольшую антиокислительную активность проявляют олигомеры и полимеры некоторых видов флавоноидов – проантоцианидины [12, с. 465; 16, с. 96; 25, с. 37; 26, с. 1103; 27; 28, с. 147; 29].

Анализ ассортимента пищевых добавок и экстрактов, используемых в косметических продуктах, показал, что проантоцианидины как основной действующий компонент чаще всего заявлены в сухих либо жидких экстрактах косточек винограда, коры сосны различных пород, плодов черники, боярышника, клюквы, конского каштана, рожкового дерева. В ряде стран особой популярностью пользуется препарат Пикногенол (*Pycnogenol*), представляющий собой стандартизированный экстракт коры сосны с установленным повышенным содержанием проантоцианидинов [2, с. 228; 9, с. 9]. На российском рынке экстракт коры сосны представлен не так широко, как на зарубежном, и пока встречается только в виде пищевой добавки.

Принимая во внимание тот факт, что сосна обыкновенная является основной лесообразующей породой России, а её кора в основном сжигается или оседает в отвалах, перед народным хозяйством встаёт проблема рациональной переработки коры сосны. Фенольные вещества коры сосны представляют особую ценность для различных отраслей [10, с. 47; 13, с. 4; 18, с. 268; 23]. В частности, в ряде работ уже исследовано использование проантоцианидинов коры сосны обыкновенной в фармацевтической промышленности [2, 7, 23], в качестве связующего вещества в композиции для проклейки бумаги [11], дубителей [21], антибиотических препаратов [8]. Иностранные производители активно используют экстракт коры сосны в косметических средствах для проблемной кожи, в антивозрастных средствах. В связи с этим, актуальной является задача определения оптимальных параметров экстрагирования биологически активных веществ из коры сосны.

Цель работы – поиск оптимальных параметров извлечения экстрактивных веществ из коры сосны обыкновенной (лат. *Pinus sylvestris L.*), количественное определение групп фенольных веществ в полученном экстракте.

Материалы и методы исследования. Исследуемое сырье – высушенная кора сосны обыкновенной (лат. *Pinus sylvestris L.*), сем. сосновых – (*Pinaceae*). Влажность сырья – 10,76%.

Размер измельчения коры перед экстракцией обусловлен оптимальным значением степени измельчения в соответствии с Государственной Фармакопеей и составляет не более 3 мм [5, с. 1962].

Общая последовательность процесса экстракции выглядела следующим образом. В круглодонную колбу помещали 1 г сырья, добавляли экстрагент определенной концентрации в зависимости от выбранного гидромодуля. Колбу подсоединяли к обратному холодильнику и нагревали при различных температурах некоторое количество времени (либо настаивали при комнатной температуре). Полученный экстракт фильтровали сразу без охлаждения через два складчатых фильтра, поскольку при охлаждении дубильные вещества выпадают в осадок [6, с. 157].

Определение эффективности экстракции контролировали по выходу экстрактивных веществ. Содержание экстрактивных веществ определяли в соответствии с принятой в химии древесины методикой [17, с. 89].

Существенными параметрами экстракции, относительно которых проводились эксперименты, были приняты: вид экстрагента, концентрация экстрагента, температура и продолжительность экстракции, гидромодуль.

В качестве экстрагента выступала водно-спиртовая смесь с различной концентрацией этилового спирта и водно-щелочная смесь с различной концентрацией гидроксида натрия. Спиртовые растворы традиционно используются для извлечения флавоноидов из растительного сырья, а в ряде работ также указывается об эффективности извлечения полифенольных соединений (олигофлавоноидов) водно-щелочным экстрагентом [1, с. 465; 11; 13, с. 111; 17, с. 90; 18; 20; 21; 22, с. 209; 23; 24].

У полученного при оптимальных параметрах экстракта определялись:

- органолептические показатели (цвет, запах, консистенция);
- водородный показатель pH по ГОСТ 29188.2-2014 [4];
- количественное содержание фенольных соединений колориметрическим методом с использованием реактива Фолина-Чокальтеу [19, с. 124];
- количественное содержание дубильных веществ по ГОСТ 24027.2-80 [3];
- количественное содержание флавоноидов реакцией получения комплекса флавоноидов с раствором хлорида алюминия в спирте и последующим спектрофотометрическим определением в пересчете на рутин [5, с. 324];
- количественное содержание проантоцианидинов колориметрическим методом, основываясь на их способности образовывать при нагревании в кислой среде ярко окрашенное соединение [15, с. 100].

Результаты исследования и обсуждение. Проведенная серия экспериментов показывает, что наибольший выход экстрактивных веществ из коры сосны достигается при следующих параметрах: вид экстрагента – гидроксид натрия, концентрация экстрагента – 2%, температура – 100 °С, продолжительность – 1 час, гидромодуль – 1:40.

Ниже представлена сводная таблица 1, в которой отражены результаты всех проведенных экспериментов.

Таблица 1.

Итоговая таблица по результатам исследования влияния параметров экстракции на выход экстрактивных веществ из коры сосны

Экстрагент	Температура, °С	Время, мин	Гидромодуль	Массовая доля экстрактивных веществ, % к абсолютно сухому сырью
Определение вида и концентрации экстрагента				
1% NaOH	25	30	1:20	9,27
2% NaOH				**11,02**
3% NaOH				11,60
50% этиловый спирт				6,70
70% этиловый спирт				**9,09**
96% этиловый спирт				9,68
Определение температуры экстракции				
2% NaOH	25	30	1:40	14,44
	70			22,64
	100			**30,14**
70% этиловый спирт	25			6,94
	70			10,24
	100			16,34
Определение продолжительности экстракции				
2% NaOH	25	30	1:20	11,02
		60		**15,94**
		90		16,04
Определение гидромодуля				
2% NaOH	25	30	1:20	11,02
			1:40	**14,44**
			1:60	11,44

Полученный при оптимальных параметрах экстракт был проанализирован по органолептическим и физико-химическим показателям (таблица 2).

Таблица 2.

Органолептические и физико-химические показатели полученного экстракта коры сосны

Показатель	Характеристика
Агрегатное состояние	Непрозрачная жидкость без осадка
Цвет	Темно-коричневый с чайным оттенком
Запах	Характерный
Водородный показатель pH	11,9
Массовая концентрация фенольных соединений в пересчете на галловую кислоту, мг/мл	15,8
Содержание дубильных веществ, %	4,28
Содержание флавоноидов в пересчёте на рутин, %	6,88
Массовая концентрация проантоцианидинов, мг/мл	3,1

Значения концентрации различных классов веществ в экстракте, полученные по итогам опытов, наглядно демонстрируют, что кора сосны является источником ценных биологически активных веществ. Данный ресурс может быть использован, в частности, в составе косметических средств, причем даже в виде водно-щелочного экстракта. Например, использование карбомера в косметическом креме обуславливает применение также и раствора щелочи для приведения показателя pH к оптимальным значениям (около 6,0), поскольку при таком значении показателя pH карбомер образует прозрачный вязкий раствор, необходимый для формирования консистенции крема [12, с. 393]. Для более широкого применения водно-щелочной экстракт коры сосны может быть предварительно нейтрализован.

Выводы. На основании проведенных исследований можно заключить:

1. Наиболее эффективные параметры экстракции коры сосны:

- оптимальный вид и концентрация экстрагента – 2% раствор гидроксида натрия;
- оптимальное значение температуры экстракции – 100 °С;
- оптимальная продолжительность экстракции – 1 час;
- оптимальное значение гидромодуля – 1:40.

2. Полученный при оптимальных параметрах экстракт коры сосны обыкновенной (лат. *Pinus sylvestris L.*) содержит в своем составе значительное количество фенольных соединений, в частности, флавоноидов, дубильных веществ, а также проантоцианидинов и является перспективным биологически активным ингредиентом для использования в составе косметических средств.

Список литературы:

1. Биохимические методы анализа растений / под ред. М.Н. Запрометова. – М.: Изд-во ин. лит-ры, 1960. – 592 с.
2. Выделение и изучение проантоцианидинов коры сосны / В.А. Левданский [и др.] // Химия растительного сырья. – 2020. – № 4. – С. 227-233.
3. ГОСТ 24027.2-80. Сырье лекарственное растительное. Методы определения влажности, содержания золы, экстрактивных и дубильных веществ, эфирного масла: утвержден и введен в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 06.03.1980 №1038: дата введения 1981-01-01. Доступ из электронного фонда «Кодекс» / [Электронный ресурс]. – Режим доступа: URL: https://docs.cntd.ru/document/1200022957 (дата обращения: 15.02.2022).
4. ГОСТ 29188.2-2014. Продукция парфюмерно-косметическая. Метод определения водородного показателя pH: утвержден и введен в действие Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 1 июля 2016 г. №785-ст: дата введения 2017-07-01. Доступ из электронного фонда «Кодекс» / [Электронный ресурс]. – Режим доступа: URL: https://docs.cntd.ru/document/1200136164 (дата обращения: 08.02.2022).
5. Государственная фармакопея Российской Федерации. Том 2. Изд. 14-е. – М., 2018. – С. 1814-3262.
6. Гроссман В.А. Технология изготовления лекарственных форм: учебник. – М.: ГЭОТАР-Медиа, 2018. – 336 с.
7. Ёршик О.А., Бузук Г.Н. Кора сосны обыкновенной как новый источник проантоцианидинов // Вестник фармации. – 2016. – № 1 (71). – С. 67-72.
8. Изучение антимикробных свойств экстрактивных веществ хвойных / В.А. Сенашова [и др.] // Сибирский лесной журнал. – 2019. – № 3. – С. 71-77.
9. Комбинация проантоцианидинов, таких как пикногенол или виноградные косточки, и центеллы азиатской для лечения сердечно-сосудистых нарушений, таких как атеросклероз // Патент России № RU2570733C2 / Дж. Белкаро, К. Бурки, В. Феррари. – 2009.
10. Комплексная химическая переработка древесины: учебное пособие / Р.Г. Алиев [и др.] // Санкт-Петербург: Комплексная химическая переработка древесины. – 2012. – 76 с.
11. Коновалова Г.Н. Выделение и применение олигофлавоноидов коры сосны обыкновенной: дис. … канд. техн. наук. – Санкт-Петербург, 2008. – 179 с.
12. Кривова А.Ю., Паронян В.Х. Технология производства парфюмерно-косметических продуктов. – М.: ДеЛи принт, 2009. – 668 с.
13. Кузнецов Б.Н., Левданский В.А., Кузнецова С.А. Химические продукты из древесной коры: монография. – Красноярск: Сиб. федер. ун-т, 2012. – 260 с.
14. Масс-спектрометрический метод установления структур новых эллаготаннинов сем. Euphorbiaceae / Н.Г. Абдулладжанова [и др.] // Фенольные соединения: фундаментальные и прикладные аспекты: материалы докладов VIII Международного симпозиума. – М.: ИФР РАН; РУДН. – 2012. – С. 6-11.
15. Методы технохимического контроля в виноделии / под ред. Гержиковой В.Г. 2-е изд. – Симферополь: Таврида, 2009. – 304 с.

16. Музычкина Р.А., Корулькин Д.Ю., Абилов Ж.А. Основы химии природных соединений. – Алматы: Казак университеті, 2010. – 564 с.
17. Оболенская А.В., Ельницкая З.П. Леонович А.А. Лабораторные работы по химии древесины и целлюлозы: учебное пособие для вузов. – М.: Экология, 1991. – 320 с.
18. Писарева С.С., Попкова Л.А., Якубовский С.Ф. Исследование влияния концентрации гидроксида натрия на выход веществ фенольной природы из коры сосны // Новые материалы и технологии их обработки: XIII Республиканская студенческая научно-техническая конференция, 23-27 апреля 2012 г. – Минск: БНТУ. – 2012. – С. 268-270.
19. Руководство по методам контроля качества и безопасности биологически активных добавок к пище Р 4.1.1672-03. – М.: Федеральный центр госсанэпидемнадзора Минздрава России, 2004. – 240 с.
20. Титович Л.В., Толкач Н.Г. Определение проантоцианидинов в сабельнике болотном Comarum Palustre L // Актуальные проблемы интенсивного развития животноводства. – 2018. – №21-2. – С. 9-17.
21. Тюлькова Ю.А. Переработка коры сосны с получением дубильных экстрактов: дис. … канд. техн. наук. – Красноярск, 2013. – 133 с.
22. Фенгел Д., Вегенер Г. Древесина (химия, ультраструктура, реакции). – М.: Лесная пром-сть, 1988. – 512 с.
23. Чапаксин И.В., Торыбаев Ж.С., Ясько Е.Т. Апробация методики вакуумно-импульсной экстракции флавоноидов и дубильных веществ в коре сосны с последующим изучением их физико-химических структур // Научно-образовательный журнал для студентов и преподавателей "StudNet". – 2021. – №1/2021.
24. Экстрактивные вещества водно-щелочного экстракта коры сосны / Тюлькова Ю.А. [и др.] // Хвойные бореальной зоны. – 2013. – №3. – С. 101-104.
25. Яковлев Г.П. Большой энциклопедический словарь лекарственных растений. Изд. 3-е, испр. и доп. – Санкт-Петербург: СпецЛит, 2015. – 759 с.
26. Celestino Santos-Buelga, Scalbert A. Proanthocyanidins and tannin-like compounds–nature, occurrence, dietary intake and effects on nutrition and health // Journal of the Science of Food and Agriculture. – 2000. – Vol. 80. №7. – P. 1094-1117.
27. Chang Sub Ku, Sung Phil Mun Characterization of proanthocyanidin in hot water extract isolated from Pinus radiata bark // Wood Sci Technol. – 2007. – P. 235-247.
28. Fine A.M. Oligomeric proanthocyanidin complexes: history, structure, and phytopharmaceutical applications // Alternative Medicine Review. – 2000. – Vol. 5. №2. – P. 144-151.
29. Free radicals and grape seed proanthocyanidin extract: importance in human health and disease prevention / D. Bagchi [et al.] // Toxicology. – 2017. – Vol. 148. № 2-3. – P. 187-197.