ISSN 2074-9414 (Print)
ISSN 2313-1748 (Online)

https://doi.org/10.21603/2074-9414-2023-1-2425
https://elibrary.ru/HFAIQU

Оригинальная статья
https://fptt.ru

Экстрагирование гидрофильных компонентов кожуры и жома плодов граната

С. Г. Гафизов[1], О. Н. Мусина[2], Г. К. Гафизов[1,*]

[1] *Научно-исследовательский институт плодоводства и чаеводства Министерства сельского хозяйства, Губа, Азербайджан*

[2] *Сибирский научно-исследовательский институт сыроделия, Барнаул, Россия*

Поступила в редакцию: 13.04.2022
Принята после рецензирования: 12.05.2022
Принята к публикации: 07.06.2022

**Г. К. Гафизов: hafizov-54@mail.ru, https://orcid.org/0000-0001-5588-6433*
С. Г. Гафизов: https://orcid.org/0000-0001-7777-9954
О. Н. Мусина: https://orcid.org/0000-0002-4938-8136

© С. Г. Гафизов, О. Н. Мусина, Г. К. Гафизов, 2023

Аннотация.
При комплексной переработке плодов граната (*Punica granatum* L.) основное внимание уделяется экстракции полифенолов из кожуры. Однако кожура граната богата другими биологически активными водорастворимыми компонентами, процесс извлечения которых мало изучен. Целью работы являлись оценка степени извлечения гидрофильных веществ, таких как простые сахара, органические кислоты и полифенолы, из сырой кожуры и жома граната при разных экспериментальных условиях и подбор режимных параметров экстрагирования.
Объектом исследования были выбраны гранаты сорта Ириданалы (г. Геокчай, Азербайджан). Перед экстракцией комплекса гидрофильных веществ сырую кожуру и жом измельчали до состояния крупнозернистой кашицы. Экстракцию осуществляли методом мацерации при гидромодуле 1:2 и температуре 40 или 60 °С чистой водой и водными растворами этанола (10–14 об.%). Процесс велся 30, 60 или 90 мин в одну или две стадии с раздельным извлечением экстрактов от каждой стадии. В работе применяли стандартные и общепринятые физико-химические методы.
Установлено, что в 31,0 ± 2,0 г/100 г сухого вещества кожуры на гидрофильную фракцию приходится 85,32 %, а в 35,7 ± 2,8 г/100 г сухого вещества жома – 59,36 %. В результате экстракции чистой водой при гидромодуле 1:2 при подогреве смеси до 60 °С в течение 30 мин было извлечено всего 54,6 % сухих веществ от их начального содержания в сырой кожуре. Это связано с содержанием в кожуре граната гидрофильных коллоидов, которые способны впитывать воду и снижать выход экстракта. Оптимальной была экстракция в этих условиях водным раствором этанола с концентрацией этилового спирта 10–14 об.% в две стадии по 30 мин каждая. Благодаря коагулирующему действию этилового спирта на водорастворимый пектин удалось повысить степень экстракции водорастворимых веществ до 83,93 и 91,4 % от их начального содержания в сырой кожуре и сыром жоме соответственно. В результате такой экстракции из 1 кг сырого жома получено около 4 кг смешанного экстракта, после уваривания которого под вакуумом получено 260 г концентрата с содержанием сухих веществ 60 масс.%, в том числе 46,70 г/100 г простых сахаров, 4,73 г/100 г органических кислот, 3,70 г/100 г полифенолов и 10,10 мг/100 г витамина С.
Экстракция сырой кожуры и сырого жома гранатов водным этанолом (10–14 об.%) обеспечила максимальную степень извлечения гидрофильных веществ и облегчила отделение образовавшихся экстрактов. Однако использование крепких спиртовых растворов может увеличивать затраты на отгонку спирта из образовавшегося экстракта. Поэтому для устранения недостатков предложенного метода в перспективе следует рассмотреть экстракцию данного сырья чистой водой с добавлением пектолитического фермента.

Ключевые слова. *Punica granatum* L., кожура граната, водорастворимые вещества, полифенолы, моносахариды, экстрагирование, растворитель, степень экстракции

Финансирование. Научная работа была выполнена в рамках государственного заказа Министерства сельского хозяйства Азербайджанской Республики «Разработка технологии биологически активных комплексов из побочных продуктов производства гранатового сока».

Для цитирования: Гафизов С. Г., Мусина О. Н., Гафизов Г. К. Экстрагирование гидрофильных компонентов кожуры и жома плодов граната // Техника и технология пищевых производств. 2023. Т. 53. № 1. С. 168–182. https://doi.org/10.21603/2074-9414-2023-1-2425

https://doi.org/10.21603/2074-9414-2023-1-2425
https://elibrary.ru/HFAIQU

Original article
Available online at https://fptt.ru/en

Extracting Hydrophilic Components from Pomegranate Peel and Pulp

Samir Gharib Hafizov[1], Olga N. Musina[2], Gharib Kerim Hafizov[1,*]

[1] *Research Institute of Fruit and Tea Growing of the Ministry of Agriculture, Quba, Azerbaijan Republic*

[2] *Siberian Research Institute of Cheese-Making, Barnaul, Russia*

Received: 13.04.2022
Revised: 12.05.2022
Accepted: 07.06.2022

**Gharib Kerim Hafizov: hafizov-54@mail.ru, https://orcid.org/0000-0001-5588-6433*
Samir Gharib Hafizov: https://orcid.org/0000-0001-7777-9954
Olga N. Musina: https://orcid.org/0000-0002-4938-8136

© S.G. Hafizov, O.N. Musina, G.K. Hafizov, 2023

Abstract.
Pomegranate (*Punica granatum* L.) processing focuses on the extraction of polyphenols from peel. However, pomegranate peel is also rich in other biologically active water-soluble components, and their commercial extraction remains understudied. The research objective was to evaluate the degree of extraction of hydrophilic substances, such as simple sugars, organic acids, and polyphenols, from raw pomegranate peel and pulp under different experimental conditions in order to select the optimal extraction parameters.
The study featured pomegranates of the Iridanaly variety (Geokchay, Azerbaijan). Raw peel and pulp were crushed to the state of a coarse gruel. Extraction occurred by maceration at a hydromodulus of 1:2 and a temperature of 40 or 60°C with pure water and aqueous ethanol solutions (10–14 % vol.). The process lasted 30, 60, or 90 min in one or two stages with separate extraction at each stage. The research involved standard physicochemical methods.
In 31.0 ± 2.0 g/100 g of dry peel, the hydrophilic fraction accounted for 85.32%; in 35.7 ± 2.8 g/100 g of dry pulp, it was 59.36%. Only 54.6% solids were extracted from raw peel after 30 min of extraction with pure water at a hydromodulus of 1:2 and 60°C. Pomegranate peel contained hydrophilic colloids, which caused water absorption and reduced the yield. The optimal extraction included an aqueous solution of ethanol with an ethanol concentration of 10–14 % vol. and two thirty-minute stages. The coagulating effect of ethyl alcohol on water-soluble pectin made it possible to increase the degree of extraction of water-soluble substances to 83.93 and 91.4% of their initial content in raw peel and raw pulp, respectively. Such extraction yielded 4 kg of mixed extract from 1 kg of raw pulp. The extract was boiled under vacuum and yielded 260 g of concentrate with 60 wt.% solids, including 46.70 g/100 g simple sugars, 4.73 g/100 g organic acids, 3.70 g/100 g polyphenols, and 10.10 mg/100 g vitamin C.
The extraction of raw pomegranate peel and pulp with aqueous ethanol (10–14 % vol.) provided the maximal degree of extraction of hydrophilic substances and facilitated the separation of the resulting extracts. However, strong alcohol solutions may increase the cost of distillation of alcohol from the extract. To eliminate this shortcoming, the extraction can be carried out with pure water and a pectolytic enzyme.

Keywords. *Punica granatum* L., pomegranate peel, water-soluble substances, polyphenols, monosaccharides, extraction, solvent, degree of extraction

Funding. The research was part of the state order of the Ministry of Agriculture of the Republic of Azerbaijan on the Development of technology for biologically active complexes from by-products of pomegranate juice production.

For citation: Hafizov SG, Musina ON, Hafizov GK. Extracting Hydrophilic Components from Pomegranate Peel and Pulp. Food Processing: Techniques and Technology. 2023;53(1):168–182. (In Russ.). https://doi.org/10.21603/2074-9414-2023-1-2425

Введение

Пищевой сектор является одним из наиболее актуальных в современной глобальной экономике. Однако компании, связанные с производством продуктов питания, переработкой и предоставлением услуг, сталкиваются со многими проблемами [1].

Из-за наблюдающегося в последние два десятилетия глобального роста популярности гранатового сока возросло число специализированных предприятий по его производству, что привело к обострению конкуренции на мировых рынках этого продукта.

В создавшейся ситуации некоторые производители гранатовых соков пошли по пути получения кратковременной выгоды за счет их фальсификации водой, сахаром или другими соками, чтобы компенсировать этим относительно низкий выход. В результате этого данные предприятия потеряли популярность или закрылись. Другие предприятия, которые имели в начале своей деятельности узкую специализацию, адаптировались к новым условиям за счет выпуска продукции не только из гранатов, но и других видов сырья, и уменьшения экономической зависимости от продаж только гранатового сока. Также есть предприятия, которые в качестве основного тренда для покрытия возможных издержек в новых условиях обозначили выпуск продукции с добавочной стоимостью из побочных продуктов производства гранатового сока. Такого системного подхода придерживаются некоторые ученые [2, 3].

В 2014 г. было произведено 3 млн т граната, в 2017 г. эта цифра составила 3,8 млн т [4]. Учитывая объемы производства гранатов и ориентировочные объемы их переработки в сок (около 0,75–1 млн т в год), во всем мире ежегодно образуется 400–500 тыс. т твердых остатков. Это создает проблемы удаления и загрязнения, а также потери ценной биомассы и питательных веществ. Основная часть побочных продуктов от получения гранатовых соков приходится на т. н. «кожуру». Это комплекс, состоящий не только из поверхностной корки, но также из внутренних светлых перегородок с выростами плаценты, из которых образуются семенные гнезда [5].

Одним из наиболее широко используемых методов в исследовательской и производственной практике переработки кожуры граната является экстракция в системе «твердое тело – жидкость», т. к. кожура граната богата биологически активными полифенолами и другими гидрофильными веществами, которые можно извлечь с помощью водных растворителей [6–9]. В лабораторных условиях для экстракции компонентов высушенной кожуры используют не только метанол и воду, но также этанол и ацетон [10]. Многие ученые пришли к выводу, что метод экстракции метанолом лучше других с точки зрения содержания фенольных соединений и повышения антиоксидантной активности [11–13]. Обычные методы требуют большого количества растворителей, а использование высокой температуры приводит к деградации флавоноидов [14].

В последнее время все чаще используется экстракция под высоким давлением, которая не оказывает вредного воздействия на биологически активные соединения. Кроме того, экстракция под высоким давлением выполняется быстрее и дает более высокий выход целевых компонентов [15]. Также применяют экстракцию, основанную на включении в этот процесс некоторыех ферментов, разрушающих клеточную стенку (например, пектиназы) [16].

Основу большинства промышленных способов переработки кожуры составляет сушка, измельчение и экстрагирование с использованием экологически приемлемых (водных и водно-спиртовых) растворителей [17–19]. Впервые такой опыт был применен в СССР на Геокчайском соковом заводе, где была введена в эксплуатацию линия по циклическому экстрагированию кожуры граната водой с получением концентрированного экстракта под названием танин [20, 21].

Однако сегодня на рынках технологического оборудования нет готовых линий по полной утилизации промышленных остатков граната. Это вынудило некоторые частные компании, которые производят биологически активные добавки, косметические средства и фармацевтические субстанции, создать собственные линии из малого сборного оборудования с учетом конкретных условий и целей бизнеса. В консервной отрасли решение этого вопроса заключается в выборе оборудования для сборной линии с учетом специфики пищевого производства, которая заключается в отсутствии веществ, способных загрязнить пищу.

Лечебные свойства биопрепаратов из граната связаны с высоким содержанием в них полифенолов [22].

Утверждается, что 50 % водный этанол лучше извлекает гранатовые полифенолы, чем 70 %, поскольку в 50 % водно-спиртовом экстракте концентрация общих полифенолов была выше (5,90 ± 0,15 %), чем в 70 % (4,40 ± 0,35 %). Экстракты кожуры показали более высокую антиоксидантную активность (IC_{50} = 0,50 ± 0,90 мг/мл), чем экстракты из других частей граната, а также выраженную противоопухолевую активность в отношении клеток рака груди человека MCF-7 и клеток рака толстой кишки HCT-16 со значениями IC_{50} 7,70 ± 0,01 и 9,30 ± 0,06 мкг/мл соответственно [23].

Подготовка кожуры к экстракции преследует цель увеличить общую площадь ее контакта с растворителем и может осуществляться простым измельчением (растиранием) в мелкие кусочки одинаковых размеров в течение 40 с в вертикальной резке Tecator 1094 Homogenizer (Tekator, Hoganas, Швеция) [24]. Главной особенностью данной технологии является отделение сочных зерен от остальной части плода перед их подачей в шнековый пресс.

Применяют другую технологию, в основе которой лежит прямой отжим гранатов или их четвертинок/половинок [25]. При этом способе в остатке получают не индивидуальную кожуру, а жом, представляющий собой смесь кожуры и оголенных семян. Это отразжается на исходных характеристиках твердого остатка, составе и выходе жидкой фазы, образующейся при экстрагировании.

Исследования, направленные на сравнительное изучение процессов экстрагирования кожуры и жома и выяснение разницы в достигнутых результатах, пока не проводились, но такая информация важна для менеджеров по инновациям, т. к. может иметь экономическую значимость.

Авторами уже изучалась экстракция липофильной фракции из сухой смеси кожуры и семян граната с получением СК CO_2 экстракта со свойствами масла семян граната, что отражено в патенте RU № 2712602C1 [26]. Этот лечебно-косметический продукт получали путем смешивания индивидуальных семян с кожурой (с чем при некоторых способах получения гранатового сока сталкиваются как с уже свершившимся фактом), что не приветствовалось специалистами, которые считали, что присутствие кожуры может плохо повлиять на качество масла семян граната.

В вышеупомянутом патенте впервые было показано, что присутствие кожуры не только не изменяет цвет и вкус СК CO_2 экстракта со свойствами масла семян граната, но повышает его биологическую ценность из-за обогащения малым количеством «невидимых» полифенолов кожуры. Данный вывод подтвердился результатами других исследований, посвященных СК CO_2 экстракции смеси кожуры и семян граната [27, 28].

Некоторые аспекты экстрагирования гидрофильных веществ сырой кожуры и жома освещены (но не решены) в научной литературе. В качестве примера можно привести исследование, авторы которого сделали вывод о том, что не только растворитель, но и температура и время экстракции могут повлиять на извлечение полифенолов (эллагитаннина) из свежей кожуры граната [29]. Однако эти исследования могут рассматриваться лишь в качестве аналогов нашей статьи, а прототип, который бы касался экстракции не только полифенолов, но и других водолюбивых веществ, нами найден не был. Это связано с разницей в общей концепции: для большинства исследователей кожура представляет интерес в качестве источника полифенолов, тогда как наш подход основан на расширении списка целевых компонентов и более полном использовании функциональных возможностей технологии. В нашем представлении это должна быть многопродуктовая технология, не приводящая к образованию новых отходов в ходе или конце перерабатывающего процесса. Поэтому для нас ценны не только полифенолы, но и простые сахара и органические кислоты, без учета количественной экстракции которых невозможно представить полной картины экстракции в том виде, в котором хотели бы увидеть ее авторы этой статьи. Речь идет не только о кожуре, но и жоме гранатов, а режимные параметры экстракции должны быть строго привязаны к характеристикам исходного сырья.

Основной задачей этого исследования стало установление разницы в количественном составе отдельных групп гидрофильных веществ сырой кожуры и сырого жома гранатов и получение полной картины их извлечения в разных экспериментальных условиях.

Объекты и методы исследования

Работа проводилась с использованием гранатов сорта Ириданалы (в переводе с азербайджанского означает крупнозернистый) из Опорного пункта НИИ плодоводства и чаеводства, расположенного вблизи г. Геокчай (Азербайджан). Данный сорт граната был выбран с учетом наблюдающегося в последние годы роста его популярности среди местных производителей сельскохозяйственного сырья.

Организация работы и место ее проведения. Плоды собирались в 2019–2020 гг. во время массового съема гранатов в последней декаде октября со всех сторон 3–5 взрослых деревьев. Средний образец в количестве 20 кг доставляли в лабораторию Технологий переработки и хранения НИИ плодоводства и чаеводства.

Опытная переработка велась по двум схемам, представленным на рисунках 1 и 2. Случайная выборка из нескольких плодов взвешивалась с помощью электронных весов BJ 610C Precisa (Швейцария) с дискретностью 0,01 г.

Схема 1 в качестве первого элемента включала взвешивание случайно отобранной выборки из нескольких плодов (рис. 1a) и отделение кожуры от зерен граната вручную. Эту работу по отделению зерен от кожуры граната облегчило устройство MoonStar, представляющее собой плошку из пищевого пластика объемом 1 л и крышку типа решетки. Перед тем как очистить гранат, его обстукивали со всех сторон деревянной лопаткой и резали плод по горизонтали на две части (разрез должен быть ровным). Ставили разрезом вниз на решетку и продолжали постукивать (длинная ручка лопатки позволяет достичь большой амплитуды, широкий край не портит кожуру; лучше не допускать того, чтобы гранат лопнул, т. к. перегородки будут попадать в зерна). То же самое проделывали с другой половинкой (рис. 1b). Из зерен граната был получен сок с помощью электрической соковыжималки-терки Эликсир СВСА-309 производства ФДГУП МиГРосТ (Москва, Россия) с автоматическим выбросом оголенных семян (рис. 1c).

В параллельных опытах (схема 2) был получен жом путем поштучного сдавливания половинок плодов в соковыжималке компании Hangzhou Creato Machinery Co., Ltd (Китай), работающей в ручном режиме по принципу пресса (рис. 2c).

Перед экстракцией проводилось измельчение сырой кожуры или жома до состояния крупно-

a b c d e f

Рисунок 1. Получение гидрофильных экстрактов кожуры плодов граната: a – взвешивание случайно отобранной выборки из нескольких плодов; b – отделение зерен от кожуры граната с помощью устройства MoonStarr; c – обработка зерен граната в соковыжималке с автоматическим выбросом оголенных семян; d – измельчение кожуры в блендере; e – экстракция; f – отделение экстракта на воронке с фильтром

Figure 1. Obtaining hydrophilic extracts of pomegranate peel: a – weighing a randomly selected sample of several pomgranates; b – separation of seeds using the MoonStarr device; c – processing in a juicer with automatic ejection of bare seeds; d – grinding; e – extraction; f – separation on a funnel with a filter

a b c d e f

Рисунок 2. Получение гидрофильных экстрактов жома плодов граната: a – взвешивание случайно отобранной выборки из нескольких плодов; b – резка плодов на половинки с помощью острого ножа; c – отжим сока из половинок плодов в ручном прессе; d – измельчение твердого остатка в блендере с сохранением целостности находящихся в остатке семян; e – экстракция; f – отделение экстракта на воронке с фильтром

Figure 2. Obtaining hydrophilic extracts of pomegranate pulp: a – weighing a randomly selected sample of several pomgranates; b – halving with a sharp knife; c – squeezing juice from fruit halves in a manual press; d – grinding the solid residue in a blender while maintaining the integrity of the seeds in the residue; e – extraction; f – separation on a funnel with a filter

зернистой кашицы в блендере Bella 13454 в течение 3–5 с (Sensio, Монреаль, Канада) (рис. 1d, рис. 2d). Конструкционными особенностями этого блендера не предусмотрено использование насадки для измельчения твердых материалов типа семян граната. Это позволило сохранить целостность семян в составе измельченного жома и предотвратить возможный переход в экстракты их внутреннего содержимого – крахмала и белка, которые могли вызвать сильное помутнение.

Промежуточные и конечные продукты переработки гранатов по схемам 1 и 2 представлены на рисунках 3 и 4.

Экстракция. Экстракция граната проводилась для отделения от кожуры тканей фенольных соединений. В связи с этим полярность растворителя, температура экстракции, соотношение твердого материала и растворителя и размер частиц являются важными параметрами процесса экстракции [30, 31]. В большинстве работ в качестве подходящих экстракционных растворителей для достижения хороших выходов использовались органические растворители, такие как метанол и ацетон [12, 32, 33].

Некоторые ученые рекомендует использовать экологически безопасные и нетоксичные органические растворители пищевого класса, такие как вода и этанол [34]. Используемая фраза «пищевой класс» означает, что человек может проглотить определенное количество конкретного соединения без вредных последствий для здоровья. Примеры пищевых соединений включают те соединения, которые «в целом признаны безопасными» (GRAS) управлением по санитарному надзору за качеством пищевых продуктов и медикаментов США (FDA) [35].

Экстракция комплекса гидрофильных веществ из измельченного материала проводилась методом мацерации в течение 30, 60 или 90 мин в стеклянных мерных стаканах компании Labdevices на 750 мл (Санкт-Петербург, Россия), содержащих 100 г сырой кожуры или жома. Растворителями являлись чистая вода или водные растворы этилового спирта с

a b c d e f g

Рисунок 3. Промежуточные и конечные продукты переработки гранатов по схеме 1: a – кожура; b – сок; c – сочные зерна; d – отжатые зерна (семена); e – измельченная кожура; f – экстракт; g – твердый остаток от экстракции измельченной кожуры

Figure 3. Intermediate and final products of pomegranate processing, scheme 1: a – peel; b – juice; c – juicy seeds; d – pressed seeds; e – crushed peel; f – extract; g – solid residue from the crushed peel extraction

a b c d e

Рисунок 4. Промежуточные и конечные продукты переработки гранатов по схеме 2: a – половинки гранатов; b – жом; c – измельченный жом; d – экстракт; e – твердый остаток от экстракции измельченного жома

Figure 4. Intermediate and final products of pomegranate processing, scheme 2: a – pomegranate halves; b – pulp; c – crushed pulp; d – extract; e – solid residue from crushed pulp extraction

содержанием этилового спирта 10 или 14 об.%, в приготовлении которых использовался абсолютный этанол компании Merck KGaA (Darmstadt, Германия). Экстракционная смесь медленно перемешивалась (60 вращений мешалки/мин) с помощью ручного миксера Marta MT-1512 (Китай).

Экстракция проводилась в одну или две стадии (без выгрузки остатка, но с раздельным извлечением экстрактов от каждой стадии), в каждой из которых температура равнялась 40 или 60 °C в режиме медленного (за 30 мин) подогрева.

Гидромодуль (1:2) был выбран с учетом необходимости полного охвата растворителем всего объема измельченного материала.

Полученные экстракты извлекали каждый раз в колбу Бунзена после выгрузки экстракционной смеси на стеклянную воронку с двухслойным фильтром (первый слой из фильтровальной бумаги, второй – из прочной ткани) с помощью лабораторного поршневого вакуумного насоса Rocker 300 компании Rocker Scientific (Тайвань), способного создавать тягу в системах, подобной этой.

Остаток экстракта выделялся из мякоти под действием центробежной силы с помощью электрического спиннера SHOP 5952052 Store (Китай), работающего по принципу центрифуги.

Определение соотношений между соком и твердыми частями в гранатах сорта Ириданалы и содержания в них гидрофильных веществ. Механические анализы проводились путем раздельного взвешивания на весах с дискретностью 0,1 г составных частей каждого плода в отобранной из среднего образца случайным образом выборке из 30 плодов.

Для определения содержания гидрофильных веществ в кожуре, соке, оголенных семенах и жоме, а также в полученных из них экстрактах были использованы химические методы анализа.

Содержание растворимых сухих веществ определяли с помощью рефрактометра по ГОСТ 28562-90, простых сахаров – по методу Бертрана по ГОСТ 8756.134-87, который основан на способности альдегидной группы сахаров взаимодействовать с реактивом Фелинга и восстанавливать окись меди до закиси меди, выпадающей в виде осадка красного цвета. Общую кислотность устанавливали титрованием в присутствии цветового индикатора по межгосударственному стандарту ИСО 750-2013 (0,0064 – коэффициент пересчета 0,1 N раствора NaOH на лимонную кислоту). Определение аскорбиновой кислоты велось йодометрическим методом по ГОСТ 24556-89, сухих

веществ – высушиванием до постоянного веса по ГОСТ 33977-2016. Суммарное количество водорастворимых полифенолов устанавливали методом, основанным на титровании остатка индигокармина, не израсходованного на окисление фенольных веществ, 0,1 N раствором марганцовокислого калия. В реакцию с перманганатом вступают и другие соединения, поэтому сначала титруют все окисляющиеся этим реактивом вещества, затем ту их часть, которая осталась в экстракте после обработки активированным углем, способным адсорбировать полифенолы. По разности количества марганцовокислого калия, использованного на окисление в первый и второй разы, определяли содержание фенолов, используя 0,004157 в качестве коэффициента пересчета миллилитров 0,1 N раствора $KMnO_4$ в граммы фенолов. Этот принцип лежит в основе метода определения дубильных веществ в лекарственном сырье по ГОСТ 24027.2-80 и соответствующей статье Государственной Фармакопии России, которая также посвящена определению этих веществ в лекарственном сырье.

Оценка результативности испытанных режимных параметров экстракции. Сравнение результатов проводилось по отношению массы общего количества сухого вещества и гидрофильных веществ (сахара, органические кислоты, полифенолы) в экстракте к их начальной массе в кожуре или жоме. Сравнение проводилось на основании легкости сцеживания образовавшихся экстрактов. Это было связано с тем, что в некоторых испытанных вариантах экстракции, которые были проведены в слишком жестком режиме, кожура или жом к концу экстракции разрыхлялись так сильно, что для извлечения экстракта пришлось использовать тягу, создаваемую вакуумным насосом.

Обработка первичных данных. При оценке достоверности результатов механического анализа плодов рассчитывалось стандартное отклонение (SD) среднего результата 30 циклов статического взвешивания на весах компании Precisa (Швейцария) с дискретностью 0,1 г.

Химические анализы и технологические опыты проводились в 3–5 повторениях [36].

Результаты и их обсуждение

Определение характерного для плодов сорта Ириданалы баланса между составными частями. У сорта Ириданалы масса одного плода сильно варьируется: самый крупный из них весил 259,6 г (в нем было 375 зерен с общим весом 148,1 г), самый маленький – 192,6 г.

В отобранной из среднего образца случайным образом выборке из 30 плодов один плод в среднем весил 228,8 ± 23,2 г. Соотношение между кожурой (108,30 ± 12,61 г) и сочными зернами (120,60 ± 13,89 г) к их общей массе было равно 47,3 (кожура)/52,7 % (сочные зерна); соотношение между кожурой (108,30 ± 12,61 г) и оголенными семенами (21,00 ± 3,99 г) к их общей массе составило 83,8 (кожура)/16,2 % (оголенные семена).

В рисунке 5 отражено процентное соотношение между кожурой, соком и оголенными семенами в плоде, которое было установлено с учетом данных механического анализа по всей выборке (n = 30).

Из рисунка 5 видно, что в полной сырой массе гранатов сорта Ириданалы на кожуру, сок и оголенные семена в среднем приходится 47,3, 43,5 и 9,2 % соответственно. Это означает, что переработка 1 т плодов этого сорта даст возможность получить 435 кг сока. В качестве побочных продуктов останется 473 кг сырой кожуры и 92 кг сырых семян.

Начальное содержание гидрофильных веществ в кожуре и оголенных семенах гранатов сорта Ириданалы, а также их смеси (жоме). Из таблицы 1, в которой дан химический состав сока, кожуры, оголенных семян и смеси кожуры и оголенных семян (жом), видно, что кожура является богатым источником как сухих веществ (31,0 ± 2,0 г/100 г полной сырой массы кожуры), так и суммы водорастворимых веществ – простых сахаров, органических кислот и полифенолов.

Хотя содержание сухих веществ в сыром жоме (35,7 ± 2,8 г/100 г полной сырой массы жома) выше, чем в сырой кожуре (31,0 ± 2,0 г/100 г полной сырой массы кожуры), жом уступает кожуре по содержанию суммы водорастворимых веществ (21,19 г/100 г полной сырой массы жома против 26,45 г/100 г полной сырой массы кожуры) (табл. 1). В жоме на водорастворимые вещества приходится в среднем 59,36 % от общего количества содержащегося в нем сухих веществ, в кожуре – 85,32 %.

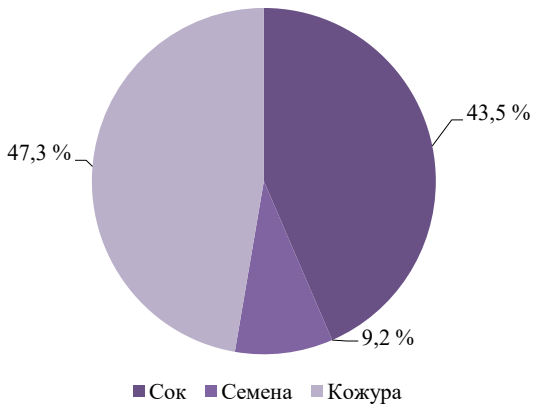


Рисунок 5. Диаграмма сравнения долей кожуры, сока и оголенных семян в плоде граната сорта Ириданалы (n = 30)

Figure 5. Peel, juice, and bare seeds in pomegranate of the Iridanali variety (n = 30)

Таблица 1. Содержание сухих и водорастворимых веществ в кожуре, оголенных семенах, соке и жоме (смесь кожуры и оголенных семян) гранатов сорта Ириданалы, г/100 г сырой массы

Table 1. Solids and water-soluble substances in peel, bare seeds, juice, and pulp (peel + seeds) of Iridanaly pomegranate, g/100 g of wet weight

Часть плода	Сухие вещества	Водорастворимые вещества				
		Моносахариды	Сахароза	Органические кислоты	Полифенолы	Витамин С, мг/100 г
Кожура	31,0 ± 2,0	19,75 ± 1,24	1,33 ± 0,09	2,41 ± 0,16	2,96 ± 0,19	16,53 ± 1,07
Оголенные семена	47,5 ± 2,5	6,64 ± 0,35	0,45 ± 0,05	0,52 ± 0,08	0,32 ± 0,07	7,66 ± 1,50
Сок	18,4 ± 0,6	15,00 ± 0,37	0	1,45 ± 0,24	0,32 ± 0,07	8,89 ± 2,03
Жом	35,7 ± 2,8	15,99 ± 1,35	1,08 ± 0,04	1,88 ± 0,10	2,24 ± 0,20	16,31 ± 1,28

Среднее значение 5 повторных определений ± SD.

Mean of five replicates ± SD.

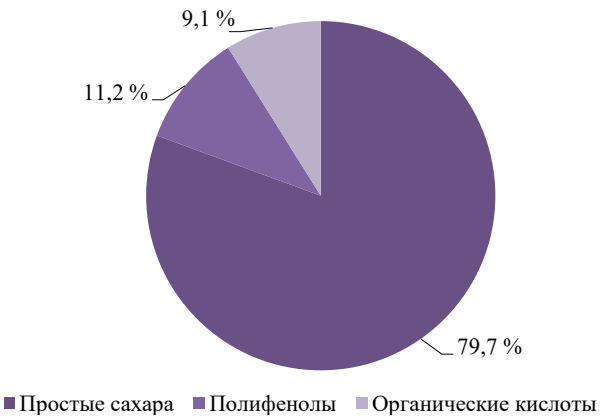


Рисунок 6. Диаграмма сравнения долей простых сахаров, органических кислот и полифенолов в кожуре гранатов сорта Ириданалы, % к их суммарному количеству

Figure 6. Simple sugars, organic acids, and polyphenols in Iridanaly pomegranate peel, % of total amount

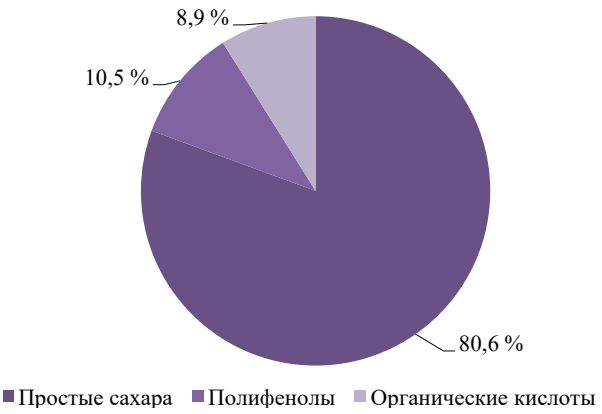


Рисунок 7. Диаграмма сравнения долей простых сахаров, органических кислот и полифенолов в жоме гранатов сорта Ириданалы, % к их суммарному количеству

Figure 7. Simple sugars, organic acids, and polyphenols in Iridanaly pomegranate pulp, % of total amount

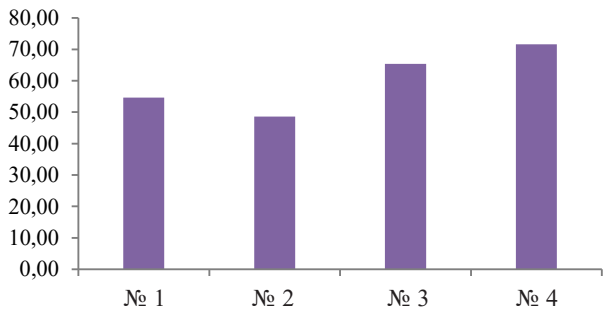
На рисунках 6 и 7 отражен баланс между сахарами, органическими кислотами и полифенолами к их общему содержанию в сырой кожуре гранатов сорта Ириданалы.

Как видно из рисунков 6 и 7, в общем количестве водорастворимых веществ, приходящемся на 100 г кожуры или жома, основная часть (79,7 и 80,6 % соответственно) приходится на простые сахара. Это говорит о том, что процесс их экстракции должен вестись с расчетом на последующее использование не только полифенолов, но и простых сахаров.

Влияние режимных факторов на количественную экстракцию сухих и водорастворимых веществ. Рисунок 8 отражает результаты экстрагирования измельченной кожуры гранатов сорта Ириданалы чистой водой или водным раствором этанола с концентрацией этилового спирта 10 об.% (соотношение между кожурой и растворителем 1:2) в одну или две стадии продолжительностью 30 мин каждая. Из рисунка 8 видно, что степень извлечения сухих веществ изменяется в зависимости от примененного растворителя, стадийности процесса и жесткости термического воздействия на кусочки кожуры.

В варианте № 1, где экстрагентом являлась чистая вода, а экстракция велась путем подогрева смеси, состоящей из кусочков кожуры и растворителя, до 60 °C за 30 мин, степень экстракции сухих веществ невысокая – 54,6 % от их начального содержания в сырой кожуре. Это связано с наличием в кожуре гидрофильных коллоидов, способных впитывать воду и снижать выход экстракта.

Так как гидропектин хорошо экстрагируется теплой водой, то следствием этого стало чрезмерное помутнение жидкой фазы в результате перехода в нее растворимого пектина из кусочков сырья. Эти недостатки меньше характерны для вариантов № 2–4, в состав растворителя которых входил



№ 1 – растворитель – чистая вода, экстракция путем подогрева смеси до 60 °C за 30 мин

№ 2 – растворитель – водный раствор этанола, экстракция путем подогрева смеси до 40 °C за 30 мин

№ 3 – растворитель – водный раствор этанола, экстракция в течение 30 мин при 60 °C

№ 4 – растворитель – водный раствор этанола, экстракция путем двукратного подогрева смеси до 60 °C за 30 мин с раздельным извлечением экстрактов от 1-ой и 2-ой стадий процесса

Рисунок 8. Гистограмма сравнения степени извлечения сухих веществ из кожуры гранатов сорта Ириданалы в зависимости от примененного растворителя, стадийности процесса и температурного режима, % от начального содержания сухих веществ в сырой кожуре

Figure 8. Comparative histogram: solid extraction degree from Iridanaly pomegranate peel, depending on the solvent used, the stage, and the temperature, % of initial solids in raw peel

Таблица 2. Зависимость степени извлечения сухих и водорастворимых веществ из кусочков кожуры и жома гранатов сорта Ириданалы от времени экстрагирования водным раствором этанола с концентрацией этилового спирта 14 об.% при гидромодуле 1:2 и температуре 40 °C, % от их начального содержания в 100 г кожуры или жома

Table 2. Extraction degree of solids and water-soluble substances from Iridanali pomegranate peel/pulp depending on extraction time with an aqueous solution of ethanol with 14 % vol. ethanol at a hydromodulus of 1:2 and 40°C, % of the initial content in 100 g peel/pulp

Время экстракции, мин	Сухие вещества	Водорастворимые вещества			
		Простые сахара	Органические кислоты	Полифенолы	Всего
Кожура					
30	51,94 ± 0,52	60,56 ± 0,58	59,80 ± 0,55	40,54 ± 0,37	58,16 ± 0,55
60	55,81 ± 0,54	63,80 ± 0,61	63,50 ± 0,60	45,61 ± 0,41	61,69 ± 0,58
90	63,20 ± 0,60	73,05 ± 0,70	68,20 ± 0,64	50,68 ± 0,47	70,03 ± 0,66
Жом					
30	34,88 ± 0,33	66,08 ± 0,64	64,43 ± 0,60	43,57 ± 0,40	64,84 ± 0,61
60	41,96 ± 0,40	73,32 ± 0,71	71,13 ± 0,69	50,43 ± 0,46	68,29 ± 0,63
90	48,50 ± 0,45	80,88 ± 0,75	80,41 ± 0,78	54,00 ± 0,50	77,99 ± 0,72

Среднее значение 5 повторных определений.

Average value of five replicates.

этиловый спирт, способствующий коагуляции растворимого пектина и препятствующий его диффузии в жидкую фазу.

Степень экстракции сухих веществ в варианте № 3, в котором экстракция велась водным раствором этанола при температуре 60 °C в течение 30 мин, достигла 65,4 %. Однако в результате такого жесткого термического воздействия произошло разрыхление кусочков кожуры и затруднилось отсасывание образовавшегося экстракта, что неприемлемо для изучаемого процесса.

Максимальная степень экстракции сухих веществ (71,6 %) была отмечена в варианте № 4, в котором происходит подогрев измельченной кожуры вместе с добавленным к ней водным раствором этанола до 60 °C за 30 мин в два приема с раздельным извлечением экстрактов от 1-ой и 2-ой стадий процесса. Расчеты показали, что в этом варианте степень экстракции водорастворимых веществ равна 83,93 % от их начального содержания в сырой кожуре. В варианте № 4 кусочки кожуры лучше сохраняли свою форму, чем в варианте № 3 с постоянным ведением процесса при температуре 60 °C.

Анализ данных этого этапа исследования показал, что в варианте № 2 (подогрев смеси кожуры с водным раствором этанола и с концентрацией этилового спирта 10 об.% до 40 °C за 30 мин) удалось извлечь 48,6 % сухих веществ. Это связано с недостатком времени, отведенного на экстракцию при низкой температуре.

Чтобы уточнить влияние времени экстракции на степень экстракции целевых компонентов при увеличении продолжительности процесса в условиях нежесткого температурного воздействия на кусочки кожуры и жома, были проведены дополнительные опыты. Их результаты представлены в таблице 2. В этих и других опытах измельчение жома проводилось так, чтобы оно не касалось оголенных семян и позволило сохранить их целыми, т. к. могло произойти помутнение жидкой фазы такими водо-

экстрагируемыми веществами, как гидропектин, крахмал и др., которыми богаты семена граната.

Из таблицы 2 видно, что при температурном режиме 40 °С за 90 мин удается извлечь из кожуры 63,20 % сухих веществ и 58,16 % водорастворимых веществ, а из жома – 48,50 и 77,9 % соответственно от их начального содержания в этих источниках.

Сравнение полученных в этих и предыдущих опытах результатов показывает, что максимальная степень экстракции водорастворимых веществ из кожуры, равная 83,93 % от их начального содержания, была достигнута в предыдущем эксперименте в варианте № 4, в котором экстракция проводилась с использованием в качестве растворителя водного раствора этанола путем подогрева смеси кожуры и растворителя до 60 °С за 30 мин в две стадии с раздельным извлечением экстрактов от 1-ой и 2-ой стадий процесса.

В таблице 3 представлены результаты испытания этого варианта на жоме.

Из таблицы 3 видно, что степень экстракции сухих и водорастворимых веществ высокая и через 30 мин с момента начала процесса (1 стадия экстракции) равна 50,90 и 80,47 % соответственно, а через 60 минут – 58,17 и 91,40 % соответственно от их начального содержания в жоме. Это на 9,67 % (сухие вещества) и 13,41 % (водорастворимые вещества) больше, чем в предыдущем опыте с экстракцией жома этим же растворителем при 40 °С в течение 90 мин.

В этом варианте из 1 кг сырого жома было получено чуть менее 4 кг смешанного экстракта, в результате уваривания которого под вакуумом было получено 260 г концентрата с содержанием сухих веществ 60 масс.%, в том числе моносахаридов – 46,70 г/100 г, органических кислот – 4,73 г/100 г, полифенолов – 3,70 г/100 г и витамина С – 10,10 мг/100 г.

В конце всех проведенных опытов были получены послеэкстракционные остатки высокой влажности, из которых был удален избыток экстракта с помощью спиннера.

В результате такой обработки влажность остатков кожуры и смеси кожуры и семян оставалась высокой – в среднем 81 (остаток кожуры) и 77 масс.% (остаток смеси кожуры и семян).

В производственных условиях обработка послеэкстракционных остатков может быть проведена с помощью небольшого дегидратора, предназначенного для частичного осушения и обезвоживания растительной и фруктовой массы, такого как спринер FZHS-15 (Fengxiang Food Machinery, Китай). Эта машина может принимать в один раз 10–15 кг сырья. С ее помощью сначала может быть выделен избыток экстракта из послеэкстракционного остатка, а затем может проводиться его просушка. Спринер FZHS-15 поставляется с панелью управления, с помощью которой могут быть установлены время обезвоживания и скорость вращения. Аппарат изготовлен из нержавеющей стали, работает по принципу центробежной силы и электромагнитного тормоза, стоит около $3,5 тыс. Есть более мощные модели стоимостью от $15 тыс.

Влажный остаток от экстрагирования жома по вышеописанному варианту был высушен до постоянного веса (рис. 9a). Выход высушенного до постоянного веса нерастворимого остатка составил 132 г/кг сырого жома. В нем на остаток кожуры пришлось 69 г (52,3 %), на остаток оголенных семян – 63 г (47,7 %), тогда как в исходном материале – сыром жоме – соотношение между кожурой и оголенными семенами было 82,2 (кожура):17,8 масс.% (семена).

Сухой остаток сначала был измельчен в дезинтеграторе тонкого помола до фракции около 1 мм (рис. 9b). Полученный порошок был разделен на сите для муки на две фракции: мелкодисперсную (60 масс.%) (рис. 9c) и крупнодисперсную (40 масс.%) (рис. 9d).

Как видно из таблицы 4, мелкодисперсная и крупнодисперсная фракции отличались по содержанию водорастворимых веществ.

Из данных таблицы 4, можно рассчитать количество простых сахаров, органических кислот и полифенолов с учетом выхода сухого остатка из 100 г сырого жома и начального содержания этих веществ

Таблица 3. Степень извлечения сухих и водорастворимых веществ из кусочков сырого жома гранатов сорта Ириданалы в варианте с медленным (30 мин) двукратным подогревом смеси кожуры и растворителя водного раствора этанола с массовой концентрацией этилового спирта 14 об.% до температуры 60 °С без выгрузки твердого остатка от 1-ой стадии из экстрактора, но с раздельным извлечением экстрактов от 1-ой и 2-ой стадий, %

Table 3. Extraction degree of solids and water-soluble substances from raw Iridanali pomegranate pulp with slow (30 min) double heating of the peel and solvent mix of aqueous ethanol solution with 14 % vol. ethyl alcohol at 60°C without unloading the solid residue from stage 1 from the extractor, but with separate extraction from stages 1 and 2, %

Стадии процесса	Сухие вещества	Водорастворимые вещества			
		Простые сахара	Органические кислоты	Полифенолы	Всего
1	50,90 ± 0,48	83,40 ± 0,79	81,83 ± 0,78	60,00 ± 0,54	80,47 ± 0,77
2	7,27 ± 0,05	11,98 ± 0,09	8,76 ± 0,05	5,00 ± 0,02	10,93 ± 0,07

a b c d

Рисунок 9. Промежуточные и конечные продукты переработки остатка от экстракции жома: 1 – высушенный послеэкстракционный остаток; 2 – он же после тонкого измельчения в дезинтеграторе; 3 – мелкодисперсная фракция от разделения на сите для муки (60 %); 4 – крупнодисперсная фракция от разделения на сите для муки (40 %)

Figure 9. Intermediate and final products of pulp extraction residue processing: 1 – dried post-extraction residue; 2 – after fine grinding in a disintegrator; 3 – fine fraction from separation on a flour sieve (60%); 4 – coarse fraction from separation on a flour sieve (40%)

Таблица 4. Содержание водорастворимых веществ в высушенном до постоянного веса остатке жома гранатов сорта Ириданалы и двух фракциях от ее разделения на сите для муки, г/100 г сухой массы

Table 4. Water-soluble substances in the residue of Iridanali pomegranate pulp dried to constant weight and two fractions from its separation on a flour sieve, g/100 g dry weight

Простые сахара	Органические кислоты	Полифенолы	Витамин С
Мелкодисперсная фракция, 60 масс.%			
15,05 ± 0,12	1,65 ± 0,01	1,73 ± 0,01	17,60 ± 0,15
Крупнодисперсная фракция, 40 масс.%			
10,25 ± 0,08	0,850 ± 0,005	1,97 ± 0,02	15,85 ± 0,11
Весь остаток в целом			
12,76 ± 0,10	1,27 ± 0,008	1,840 ± 0,015	16,76 ± 0,13

в 100 г исходного сырого материала. В результате такого расчета становится ясно, что в нерастворимом остатке сохранилось 9,59 % простых сахаров, 8,76 % органических кислот и 10,43 % полифенолов от их начального содержания в 100 г сырого жома.

Учитывая, что технологические параметры процесса можно привязать к влагосодержанию, кожура и жом перед экстрагированием могут быть высушены. Это позволит работать с концентрированным сырьем, т. к. в результате высушивания содержание водолюбивых веществ в кожуре возрастет в 3 раза, в семенах почти в 2 раза.

При оптимизации этих процессов можно будет исходить из еще одного установленного факта: чем крепче водный раствор этанола (в пределах 14–50 об.%), тем меньше вязких балластных веществ попадет в экстракт. С другой стороны, применение 50 % водного этанола связано с усложнением технологии из-за необходимости регенерации этилового спирта для повторного использования, чего не происходит при использовании в качестве экстрагента гранатовых полифенолов чистой воды.

Экстракционный процесс является комплексной структурой, включающей смачивание исходного материала экстрагентом, растворение суммы экстрактивных веществ и вытеснение концентрированных растворов непрерывным потоком растворителя. В связи с этим совершенствование экстракции как суммы технологических операций может проходить в рамках фильтрационной экстракции непрерывным потоком экстрагента. Преодоление гидравлического сопротивления будет достигаться при вакуумировании приемника экстракта или наложении давления на слой жидкости над сырьем. Кроме того, в этом случае исключается необходимость достижения равновесия концентраций во всей массе системы «сырье – экстрагент» в качестве необходимого условия в методе мацерации.

В этом направлении нами были проведены первые опыты с кожурой и жомом, высушенными до остаточного содержания воды 8 % и приведенными в состояние тонкого порошка. Испытанные порошки кожуры и жома были с влагопоглощающей способностью 4,8 и 4,4 г/г соответственно (соотношение массы порошков со стаканом после опускания в воду к массе порошков со стаканом до опускания в воду); их жиропоглощающая способность равнялась 6,2 и 6,0 г/г соответственно (соотношение массы порошков со стаканом после опускания в растительное масло к массе порошков со стаканом до опускания в масло).

Экстрагирование порошкообразной кожуры проводилось горячим (70 °С) водным раствором этилового спирта с массовой концентрацией этанола 50 об.% с постоянной сменой экстрагента в процессе фильтрующей экстракции тонко измельченного исходного материала. Использованная система фильтрующей экстракции состояла из стеклянной воронки и колбы Бунзена, к которой через резиновый шланг был подключен насос для воды.

Порошок в количестве 100 г выкладывался в стеклянную воронку, наделенную фильтрующим слоем, состоящим из бумажного и матерчатого фильтров один поверх другого. Матерчатый фильтр укладывался под бумажным фильтром, т. к. бумажный фильтр мог не выдержать постоянной тяги, создаваемой насосом. Воронку с порошком и экстрагентом все время оставляли открытой, чтобы отсасывание экстракта не проходило слишком быстро.

Опыты показали, что первые порции экстрагента впитываются кожурой почти в полном объеме в соответствии с влагопоглощающей способностью. Экстракт начинает отделяться после того как массовое соотношение между порошком и экстрактом достигает 1:5.

При непрерывном потоке и вытеснении насыщенных растворов фронтального слоя в фильтрационной экстракции наблюдалось сохранение максимальной разницы в концентрации веществ в сырье и растворителе как движущей силы процесса извлечения.

В этих опытах за 1–1,2 ч появилась возможность получить из кожуры максимально концентрированные извлечения (до 20 %) в первых сливах и извлечь за весь процесс 62–65 % сухих веществ и 78–81 % гидрофильных веществ от начального их содержания в порошке при расходе до 12 объемов растворителя на единицу массы порошка.

В одном из литературных источников отмечено, что присутствующие в кожуре полифенолы имеют разную степень липофильности, поэтому для их экстракции требуются растворители разной полярности. К этому заключению пришли при изучении влияния типа растворителя и гомогенизации на выход экстрактов. Плод граната сначала разделяли на кожуру и мякоть, а затем на половинки: одну половинку гомогенизировали, а другую оставляли нетронутой. Для извлечения полифенолов из 4 образцов использовали этанол, этилацетат и гексан в порядке убывания полярности с использованием метода мацерации. Экстракция проводилась последовательно с использованием остатка, извлеченного из предыдущей экстракции. Этанол был использован во второй раз для завершения процесса экстракции. Эксперимент показал, что для извлечения соединений из кожуры и мякоти граната может применяться процесс мацерации: в нем достигается почти такой же выход, как и в более сложных в исполнении методах, а этанол является подходящим для этой цели растворителем [37].

Работа Z. Wissam и др. посвящена экстракции кожуры граната водными растворителями. В ней были испытаны температуры от 20 до 90 °С и время экстракции от 5 до 60 мин. Удалось установить, что извлечение полифенолов является максимальным в тех опытах, где экстрагирование велось водой при 50 °С в течение 20 мин. За водой следовал 50 % водный этанол, а этилацетат давал самый низкий выход экстракта. Изучение влияния pH среды показало, что полифенолы лучше экстрагируются водой, а проантоцианидины – буферным раствором с pH 3,5. Это исследование показало, что преимущество в этом отношении имеет водная экстракция в две последовательные стадии [38].

Ранее нами уже было проведено исследование, направленное на более полное извлечение полифенолов из измельченных плодов граната с помощью водных растворителей. Оно говорит в пользу двустадийной экстракции, а не одностадийной [39].

Выводы

Проведенное исследование показало, что хотя концентрация сухих веществ в сыром жоме гранатов сорта Ириданалы (35,70 ± 1,35 масс.%) выше, чем в кожуре (31,0 ± 2,0 масс.%), водорастворимых веществ намного больше в кожуре (85,32 %), чем в жоме (59,36 %). Это видно из полученных данных по содержанию отдельных групп гидрофильных веществ – моносахаридов, титруемых кислот и полифенолов – в кожуре (19,75 ± 1,24, 2,41 ± 0,16 и 2,96 ± 0,19 % к сырой массе) и жоме (15,99 ± 1,35, 1,88 ± 0,10 и 2,24 ± 0,20 % к сырой массе). Чтобы извлечь максимальное количество гидрофильных веществ (83,93 и 91,4 %) от их начального содержания в предварительно измельченной кожуре или жоме, надо проводить двухступенчатую экстракцию двойным количеством водного этанола с массовой концентрацией этилового спирта в пределах 10–14 об.% в режиме подогрева смеси измельченного материала и растворителя за 30 мин до 60 °С с извлечением экстракта от 1-ой стадии отдельно от экстракта от 2-ой стадии (без выгрузки твердого остатка из экстракционной емкости).

Этанол с массовой концентрацией этилового спирта в пределах 10–14 об.% как экстрагент показал себя лучше воды, т. к. делает экстракты менее мутными и облегчает их отделение благодаря коагулирующему действию на водорастворимый пектин. Использование в качестве растворителя водного раствора этанола с концентрацией этанола более 10–14 об.% повысит прозрачность экстрактов и облегчит их извлечение. С другой сто-

роны, использование слишком крепких спиртовых растворов увеличит затраты на отгонку спирта из образовавшегося экстракта.

Поэтому такие недостатки предложенного режима, как частичный перенос в экстракт вязкого пектина и необходимость отгонки из него спирта, лучше устранить за счет экстракции данного сырья чистой водой с добавлением пектолитического фермента.

Критерии авторства

О. Н. Мусина – руководитель проекта, С. Г. Гафизов и Г. К. Гафизов – исполнители исследования.

Конфликт интересов

Авторы заявили об отсутствии конфликтов интересов.

Contribution

O.N. Musina supervised the project, S.G. Hafizov and G.K. Hafizov performed the research.

Conflict of interest

The authors declare that there is no conflict of interests regarding the publication of this article.

References/Список литературы

1. Guiné RPF, Florença SG, Barroca MJ, Anjos O. The link between the consumer and the innovations in food product development foods. Foods. 2020;9(9). https://doi.org/10.3390/foods9091317

2. Horvat A, Behdani B, Fogliano V, Luning PA. A systems approach to dynamic performance assessment in new food product development. Trends in Food Science and Technology. 2019;91:330–338. https://doi.org/10.1016/j.tifs.2019.07.036

3. El-Shamy S, Farag MA. Novel trends in extraction and optimization methods of bioactives recovery from pomegranate fruit biowastes: Valorization purposes for industrial applications. Food Chemistry. 2021;365. https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2021.130465

4. Kahramanoğlu I. Trends in pomegranate sector: Production, postharvest handling and marketing. International Journal of Agriculture, Forestry and Life Sciences. 2019;3(2):239–246.

5. Jithender B, Vyas DM, Abhisha S, Rathod PJ. Determination of physical and mechanical properties of pomegranate (*Var. bhagwa*) fruit and aril. International Journal of Current Microbiology and Applied Sciences. 2017;6(10):879–885. https://doi.org/10.20546/ijcmas.2017.610.105

6. Harscoat-Schiavo C, Khoualdia B, Savoire R, Hobloss S, Buré C, Samia BA, *et al.* Extraction of phenolics from pomegranate residues: Selectivity induced by the methods. Journal of Supercritical Fluids. 2021;176. https://doi.org/10.1016/j.supflu.2021.105300

7. Turrini F, Malaspina P, Giordani P, Catena S, Zunin P, Boggia R. Traditional decoction and PUAE aqueous extracts of pomegranate peels as potential low-cost anti-tyrosinase ingredients. Applied Sciences. 2020;10(8). https://doi.org/10.3390/app10082795

8. Gullón P, Astray G, Gullón B, Tomasevic I, Lorenzo JM. Pomegranate peel as suitable source of high-added value bioactives: Tailored functionalized meat products. Molecules. 2020;25(12). https://doi.org/10.3390/molecules25122859

9. Das AK, Nanda PK, Chowdhury NR, Dandapat P, Gagaoua M, Chauhan P, *et al.* Application of pomegranate by-products in muscle foods: Oxidative indices, colour stability, shelf life and health benefits. Molecules. 2021;26(2). https://doi.org/10.3390/molecules26020467

10. Abid M, Yaich H, Cheikhrouhou S, Khemakhem I, Bouaziz M, Attia H, *et al.* Antioxidant properties and phenolic profile characterization by LC-MS/MS of selected Tunisian pomegranate peels. Journal of Food Science and Technology. 2017;54(9):2890–2901. https://doi.org/10.1007/s13197-017-2727-0

11. El-Hadary AE, Taha M. Pomegranate peel methanolic-extract improves the shelf-life of edible-oils under accelerated oxidation conditions. Food Science and Nutrition. 2020;8(4):1798–1811. https://doi.org/10.1002/fsn3.1391

12. Kennas A, Amellal-Chibane H. Comparison of five solvents in the extraction of phenolic antioxidants from pomegranate (*Punica granatum* L.) peel. North African Journal of Food and Nutrition Research. 2019;3(5):140–147. https://doi.org/10.51745/najfnr.3.5.140-147

13. Kharchoufi S, Licciardello F, Siracusa L, Muratore G, Hamdi M, Restuccia C. Antimicrobial and antioxidant features of “Gabsi” pomegranate peel extracts. Industrial Crops and Products. 2018;111:345–352. https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2017.10.037

14. Alexandre EMC, Silva S, Santos SAO, Silvestre AJD, Duarte MF, Saraiva JA, *et al.* Antimicrobial activity of pomegranate peel extracts performed by high pressure and enzymatic assisted extraction. Food Research International. 2019;115:167–176. https://doi.org/10.1016/j.foodres.2018.08.044

15. Trigo JP, Alexandre EMC, Silva S, Costa E, Saraiva JA, Pintado M. Study of viability of high pressure extract from pomegranate peel to improve carrot juice characteristics. Food and Function. 2020;11(4). https://doi.org/10.1039/C9FO02922B

16. Zhai X, Zhu C, Li Y, Zhang Y, Duan Z, Yang X. Optimization for pectinase-assisted extraction of polysaccharides from pomegranate peel with chemical composition and antioxidant. International Journal of Biological Macromolecules. 2018;109:244–253. https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2017.12.06

17. Lampakis D, Skenderidis P, Leontopoulos S. Technologies and extraction methods of polyphenolic compounds derived from pomegranate (*Punica granatum*) peels. A mini review. Processes. 2021;9(2). https://doi.org/10.3390/pr9020236

18. Charalampia D, Koutelidakis AE. From pomegranate processing by-products to innovative value added functional ingredients and bio-based products with several applications in food sector. BAOJ Biotechnology. 2017;3(1).

19. Rahnemoon P, Sarabi Jamab M, Javanmard Dakheli M, Bostan A, Safari O. Comparison of two methods of solvent extraction of phenolic compounds from pomegranate (Punica granatum L.) peels. Journal of Agricultural Science and Technology. 2018;20:939–952.

20. Gafizov G. Extraction of pomegranate fruit peel with aqueous solvents. Universum: Engineering Sciences. 2015;18(6). (In Russ.). [Гафизов Г. К. Экстрагирование кожуры плодов граната водными растворителями // Universum: технические науки. 2015. Т. 18. № 6.].

21. Hafizov QK. Hardware and technological scheme of the extraction of water from the peel of pomegranate fruit machine cleaning. Austrian Journal of Technical and Natural Sciences. 2015;(5–6):24–30. (In Russ.). [Гафизов Г. К. Аппаратурно-технологическая схема водного экстрагирования кожуры от машинной очистки плодов граната // Austrian Journal of Technical and Natural Sciences. 2015. № 5–6. С. 24–30.].

22. Fahmy H, Hegazi N, El-Shamy S, Farag MA. Pomegranate juice as a functional food: A comprehensive review of its polyphenols, therapeutic merits, and recent patents. Food and Function. 2020;11(7). https://doi.org/10.1039/D0FO01251C

23. Li BB, Smith B, Hossain MM. Extraction of phenolics from citrus peels: II. Enzyme-assisted extraction method. Separation and Purification Technology. 2013;48(2):189–196. https://doi.org/10.1016/j.seppur.2005.07.019

24. Tamborlin L, Sumere BR, de Souza MC, Pestana NF, Aguiar AC, Eberlin MN, *et al.* Characterization of pomegranate peel extracts obtained using different solvents and their effects on cell cycle and apoptosis in leukemia cells. Food Science and Nutrition. 2020;8(10):5483–5496. https://doi.org/10.1002/fsn3.1831

25. Dhumal SS, Karale AR, Jadhav SB, Kad VP. Recent advances and the developments in the pomegranate processing and utilization: A review. Journal of Agriculture and Crop Science. 2014;1(1):1–17.

26. Gafizov SG, Gafizov GK. Method of producing lipophilic complexes, polyphenols and food additives from pomegranate juice production by-products. Russia patent RU 2712602C1. 2020. [Способ получения липофильных комплексов, полифенолов и пищевых добавок из побочных продуктов производства гранатового сока: пат. 2712602C1 Рос. Федерация. № 2018139435 / Гафизов С. Г., Гафизов Г. К.; заявл. 07.11.2018; опубл. 29.01.2020; Бюл. № 4. 29 с.].

27. Tan W-K, Lee S-Y, Lee W-J, Hee Y-Y, Abedin NHZ, Abas F, *et al.* Supercritical carbon dioxide extraction of pomegranate peel-seed mixture: Yield and modeling. Journal of Food Engineering. 2021;301. https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2021.110550

28. Harscoat-Schiavo C, Khoualdia B, Savoire R, Hobloss S, Buré C, Samia BA, *et al.* Extraction of phenolics from pomegranate residues: Selectivity induced by the methods. Journal of Supercritical Fluids. 2021;176. https://doi.org/10.1016/j.supflu.2021.105300

29. Kushwaha SC, Bera MB, Kumar P. Extraction of polyphenols from fresh pomegranate peel using response surface methodology. Asian Journal of Chemistry. 2015;27(12):4320–4326.

30. da Fonseca Machado AP, Sumere BR, Mekaru C, Martinez J, Bezerra RMN, Rostagno MA. Extraction of polyphenols and antioxidants from pomegranate peel using ultrasound: influence of temperature, frequency and operation mode. International Journal of Food Science and Technology. 2019;54(9):2792–2801. https://doi.org/10.1111/ijfs.14194

31. Samsuri S, Li TH, Ruslan MSH, Amran NA. Antioxidant recovery from pomegranate peel waste by integrating maceration and freeze concentration technology. International Journal of Food Engineering. 2020;16(10). https://doi.org/10.1515/ijfe-2019-0232

32. Singh B, Singh JP, Kaur A, Singh N. Phenolic compounds as beneficial phytochemicals in pomegranate (*Punica granatum* L.) peel: A review. Food Chemistry. 2018;261:75–86. https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2018.04.039

33. Kaderides K, Kyriakoudi A, Mourtzinos I, Goula AM. Potential of pomegranate peel extract as a natural additive in foods. Trends in Food Science and Technology. 2021;115:380–390. https://doi.org/10.1016/j.tifs.2021.06.050

34. Indurkar SJ, Rathod VK. Aqueous two-phase extraction of punicalagin (α+β) from pomegranate peel by the response surface method. Separation Science and Technology. 2019;54(1):51–58. https://doi.org/10.1080/01496395.2018.1488866

35. Bartnik DD, Mohler CM, Houlihan M. Methods for the production of food grade extracts. US Patent № 20060088627. 2006.

36. Sileyev KJ. Research design and methodology. In: Abu-Taieh E, El Mouatasim A, Al Hadid IH, editors. Cyberspace. IntechOpen; 2019. https://doi.org/10.5772/intechopen.85731

37. Idris AM, Atif AB, Mohd Adzim KR. Exhaustive extraction of compounds from pomegranate peel and flesh using solvents of varying polarity. Asian Journal of Medicine and Biomedicine. 2017;1(1):10–13.

38. Wissam Z, Ghada B, Wassim A, Warid K. Effective extraction of polyphenols and proanthocyanidins from pomegranate's peel. International Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences. 2012;4(3):675–682.

39. Hafizov SG, Qurbanov IS, Hafizov GK. Improving the biotechnology of pomegranate botanical extracts, taking into account the need to deepen the processing of raw materials. Journal of Biological Sciences. 2020;20(3):103–111. https://doi.org/10.3923/jbs.2020.103.111