

УДК 630.86

4.3.1. Технологии, машины и оборудование для агропромышленного комплекса (технические науки)

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА ИЗВЛЕЧЕНИЯ АРАБИНОГАЛАКТАНА И ДИГИДРОКВЕРЦЕТИНА

Валеев Кирилл Валерьевич
к.т.н, доцент

Хисматов Рустам Габдулнурович
к.т.н, доцент

Степанова Татьяна Олеговна
к.т.н, доцент

Хасанова Аделина Рамилевна
бакалавр

Камалетдинова Камилла Робертовна
бакалавр
Казанский национальный исследовательский технологический университет, Казань, Россия

Разработана двухстадийная технология последовательного извлечения арабиногалактана (АГ) и дигидрокверцетина (ДКВ) из древесины лиственницы с ультразвуковой интенсификацией. На первой стадии АГ экстрагируют водой (80°C, 30 мин, гидромодуль 1:10, УЗ 35 кГц), осаждают ацетоном и сушат. Из шрота водно-ацетоновой смесью (1:4, 50°C, 30 мин, УЗ) извлекают ДКВ, очищаемый перекристаллизацией. Выход АГ 24,8%, чистота 98%; выход ДКВ 1,9%, чистота 96,2%. Ультразвук сокращает время экстракции в 3–4 раза и повышает выход продуктов в 1,4–1,6 раза

Ключевые слова: ЭКСТРАКЦИЯ, ЛИСТВЕННИЦА, БИОЛОГИЧЕСКИ АКТИВНЫЕ ВЕЩЕСТВА, АРАБИНОГАЛАКТАН, ДИГИДРОКВЕРЦЕТИН, ШРОТ

<http://dx.doi.org/10.21515/1990-4665-217-012>

Работа выполнена за счет гранта, предоставленного Академией наук Республики Татарстан образовательным организациям высшего образования, научным и иным организациям на поддержку планов развития кадрового потенциала в части стимулирования их научных и научно-педагогических работников к защите докторских диссертаций и выполнению научно-исследовательских работ. (Соглашение №10/2025-ПД-КНИТУ от 22.12.2025).

<http://ej.kubagro.ru/2026/03/pdf/12.pdf>

UDC 630.86

4.3.1. Technologies, machinery and equipment for the agro-industrial complex (technical sciences)

RESEARCH OF THE PROCESS OF EXTRACTION OF ARABINOGALACTAN AND DIHYDROQUERCETIN

Valeev Kirill Valerievich
Cand.Tech.Sci., Associate Professor

Khismatov Rustam Gabdulnurovich
Cand.Tech.Sci., Associate Professor

Stepanova Tatiana Olegovna
Cand.Tech.Sci., Associate Professor

Khasanova Adelina Ramilevna
Bachelor's Degree

Kamaletdinova Kamilla Robertovna
Bachelor's Degree
Kazan National Research Technological University, Kazan, Russia

A two-stage technology for the sequential extraction of arabinogalactan (AG) and dihydroquercetin (DHQ) from larch wood with ultrasonic intensification has been developed. In the first stage, AG is extracted with water (80°C, 30 min, hydromodul 1:10, УЗ 35 kHz), precipitated with acetone and dried. From the meal, a water-acetone mixture (1:4, 50°C, 30 min, ultrasound) is used to extract DCA, which is purified by recrystallization. The yield of AG is 24.8%, with a purity of 98%; the yield of DCA is 1.9%, with a purity of 96.2%. Ultrasound reduces the extraction time by 3-4 times and increases the yield of products by 1.4-1.6 times

Keywords: EXTRACTION, LARCH, BIOLOGICALLY ACTIVE SUBSTANCES, ARABINOGALACTAN, DIHYDROQUERCETIN, SHROT

The work was carried out at the expense of a grant provided by the Academy of Sciences of the Republic of Tatarstan to higher education institutions, scientific and other organizations to support the development of human resources in terms of encouraging their scientific and academic staff to defend their doctoral theses and carry out research work. (Agreement No. 10/2025-PD-KNITU dated 22.12.2025).

Введение. Древесина лиственницы сибирской (*Larix sibirica*) и даурской (*Larix dahurica*) является уникальным источником двух ценных биологически активных веществ – водорастворимого полисахарида арабиногалактана (АГ) и флавоноида дигидрокверцетина (ДКВ).

Арабиногалактан обладает иммуномодулирующими, пребиотическими и мембраностабилизирующими свойствами, что обуславливает его широкое применение в пищевой промышленности, медицине и косметологии.

Дигидрокверцетин представляет собой мощный природный антиоксидант, превосходящий по активности многие синтетические аналоги, и используется в производстве фармацевтических субстанций, биологически активных добавок и функциональных продуктов питания [1].

Традиционные методы извлечения этих соединений из древесины лиственницы, как правило, ориентированы на получение какого-либо одного продукта, что приводит к неполному использованию сырья и снижению экономической эффективности производства. Классические технологии включают длительную экстракцию органическими растворителями (этилацетатом, ацетоном, этанолом) при нагревании в течение нескольких часов, что сопряжено с высокими энергозатратами и значительным расходом реагентов [2].

Для извлечения арабиногалактана и дигидрокверцетина из древесины лиственницы применяются различные методы экстракции, среди которых:

- дефлегмация (метод Твиссельмана);
- дефлегмация с настаиванием в аппарате Сокслета, горячая экстракция по Рэндаллу, реперколяция по Босину;
- метод экстрагирования с незаконченным циклом (Чулкова).

На сегодняшний день разработаны разнообразные способы процессов экстракции, однако выявлено, что выход биологически активных веществ зависит от места произрастания, концентрации и вида экстрагента, температуры процесса, времени экстракции и т.д., поэтому актуально выявление рациональных технологических параметров, влияющих на экстрагирование биологически активных веществ из лиственницы.

Методы и материалы исследования.

В качестве сырья использовали вторичное сырье древесины лиственницы – опилки, предварительно очищенные от коры, высушенные до воздушно-сухого состояния и измельчённые до размера частиц 1–5 мм.

Ультразвуковую обработку проводили в лабораторной ультразвуковой ванне с рабочей частотой 40 кГц, оснащённой термостатом для поддержания заданной температуры. Фильтрацию осуществляли на вакуумном фильтре с использованием бумажных фильтров. Упаривание растворов выполняли на роторном испарителе при пониженном давлении и температуре 60°C. Центрифугирование проводили при 3000 об/мин, сушку продуктов – в сушильном шкафу с принудительной вентиляцией при 50–60°C. Все эксперименты выполняли в трёхкратной повторности, результаты обрабатывали статистически с вычислением среднего арифметического и стандартного отклонения.

На первой стадии проводили экстракцию и выделение арабиногалактана. Сырье массой 100,0 г помещали в плоскодонную колбу вместимостью 1 л и заливали 1000 мл дистиллированной воды в соотношении сырье:экстрагент 1:10. На колбу устанавливали обратный холодильник и помещали в ультразвуковую ванну, предварительно нагретую до 80°C. Экстракцию проводили с ультразвуковым воздействием в течение 30 мин. Горячий экстракт отделяли от шрота вакуумным фильтрованием. Фильтрат упаривали на роторном испарителе до

половины первоначального объёма. Полученный концентрат охлаждали до комнатной температуры и при интенсивном перемешивании медленно приливали к 1,5-кратному объёму ацетона, содержащему 0,2–0,3% хлорида натрия. Выпавший осадок арабиногалактана отделяли механическим способом, промывали на фильтре свежим ацетоном массой 50 г. для удаления остаточных примесей и сушили при 50–60°C до постоянной массы. Чистоту АГ оценивали спектрофотометрически по содержанию фенольных примесей при длине волны 280 нм (спектрофотометр Shimadzu UV-1800).

На второй стадии проводили экстракцию и выделение дигидрокверцетина. Влажный шрот, оставшийся после извлечения АГ, взвешивали для определения остаточной влажности. К шроту добавляли ацетон в количестве, необходимом для достижения в массовые соотношения вода: ацетон 1:4 по массе. Смесь тщательно перемешивали, на колбу устанавливали обратный холодильник и помещали в ультразвуковую ванну с температурой 50°C. Экстракцию проводили в течение 30 мин с ультразвукового воздействия. Экстракт отделяли от шрота вакуумным фильтрованием. Из полученного водно-ацетонового экстракта отгоняли ацетон на роторном испарителе при 50–60°C; по мере удаления ацетона выпадал осадок технического ДКВ. Суспензию охлаждали до комнатной температуры, осадок отделяли центрифугированием. Очистку ДКВ проводили перекристаллизацией из горячей воды: сырой продукт растворяли в минимальном объёме воды при 95–98°C при соотношении сухой экстракт:вода 1:10, горячий раствор быстро фильтровали через предварительно нагретую воронку, фильтрат медленно охлаждали до комнатной температуры, затем выдерживали при +4°C в течение 2 ч для завершения кристаллизации. Выпавшие кристаллы чистого ДКВ отделяли фильтрованием, промывали ледяной водой и сушили при 50–60°C. Содержание дигидрокверцетина в сухом экстракте

определяли методом высокоэффективной жидкостной хроматографией в центре коллективного пользования «Наноматериалы и нанотехнологии» Казанского национального исследовательского технологического университета. Колонка Zorbax Eclipse Plus C18 (4,6 × 250 мм, 5 мкм), подвижная фаза – ацетонитрил – 0,1% водный раствор трифторуксусной кислоты (30:70), скорость потока 1,0 мл/мин, детектирование при 290 нм.

Для сравнительного анализа были проведены исследования без ультразвуковой экстракции по известному способу [3].

Результаты и обсуждение. В результате ультразвуковой экстракции лиственницы горячей водой получен водный экстракт светло-жёлтого цвета, из которого после упаривания и осаждения ацетоном выделен аморфный порошок арабиногалактана белого цвета с кремовым оттенком. Выход АГ составил $\approx 24,8$ % от массы абсолютно сухой древесины, что значительно превышает показатели традиционной водной экстракции без ультразвука (≈ 15 %) [4] и сопоставимо с данными при использовании ударно-акустического воздействия (≈ 27 %) [5]. Спектрофотометрический анализ показал, что содержание фенольных примесей не превысило 1,2 %.

На второй стадии из влажного шрота водно-ацетоновой смесью (вода:ацетон 1:4) при ультразвуковой обработке извлечён ДКВ. После отгонки ацетона получен осадок технического продукта желтовато-коричневого цвета с выходом 2,9 % и чистотой 84 % (по данным ВЭЖХ). Перекристаллизация из горячей воды позволила получить чистый ДКВ в виде кристаллического порошка от белого до светло-кремового цвета с выходом 1,9 % и чистотой 96,2 %. Хроматографический анализ показал, что основная примесь является дигидрокемпферол (2,1 – 3,2 %), остаточные неидентифицированные соединения составляют 0,5–1,1 %.

Сравнительные эксперименты без ультразвука показали, что применение ультразвука сокращает продолжительность экстракции арабиногалактана с 120 до 30 мин (в 4 раза), а дигидрокверцетина – с 90 до

30 мин (в 3 раза). При этом выход АГ увеличивается в 1,6 раза, выход ДКВ – в 1,4 раза.

Таблица 1. Сравнительная эффективность ультразвуковой и традиционной экстракции

Параметры	Ультразвуковая экстракция	Традиционная экстракция (без УЗ)
Арабиногалактан		
Время экстракции, мин	30	120
Выход, %	24,8	15,3
Чистота, %	98	94-96
Дигидрокверцетин		
Время экстракции, мин	30	90
Выход сырого экстракта, %	2,9	2,1
Выход очищенного, %	1,9	1,4
Чистота ДКВ, %	96,2	94,5

Преимуществом разработанной технологии является комплексное использование сырья. Суммарный выход целевых продуктов арабиногалактана и дигидрокверцетина достиг 26,7% от массы абсолютно сухой древесины.

Рафинированная лиственница после экстракции представляет собой лигноцеллюлозный материал для использования его в качестве ферментированного настила для сельскохозяйственных животных и птицы.

Полученные вещества по своим характеристикам соответствуют требованиям, предъявляемым к сырью для

пищевой промышленности и производства биологически активных добавок.

Библиографический список

1. Актуальное состояние отрасли комплексной переработки лиственницы / А. В. Сафина, Р. Г. Сафин, А. Р. Хайрутдинова, Сайфутдинов Д.М., Валеев К.В., Асаева Л.Ш. // *Деревообрабатывающая промышленность*. – 2018. – № 1. – С. 83-91.
2. Комплексная переработка отходов древесины лиственницы / З. Г. Саттарова, К. В. Валеев, А. Р. Хайрутдинова, Д. М. Сайфутдинов // *Деревообрабатывающая промышленность*. – 2017. – № 3. – С. 36-40.
3. Пат. 2038094 Российская Федерация, МПК А61К 35/78, С07D 311/32. Способ получения дигидрокверцетина / Тюкавкина Н.А., Гаврилова Т.Ф., Колесник Ю.А., Руленко И.А., Наумов В.В., Наумов О.В., Ручкин В.Е.; заявитель и патентообладатель Иркутский институт органической химии СО РАН. – № 93015335/04; заявл. 23.03.1993; опубл. 27.06.1995, Бюл. № 18. – 6 с.
4. Исследование влияния концентрации водно-этанольного раствора на выход биологически активных веществ из древесины лиственницы / А. В. Сафина, Д. Ф. Зиятдинова, Р. Г. Сафин [и др.] // *Деревообрабатывающая промышленность*. – 2020. – № 4. – С. 31-38.
5. Пат. 2273646 Российская Федерация, МПК С08В 37/00. Способ получения арабиногалактана / Бабкин В.А., Остроухова Л.А., Трофимова Н.Н., Михайлов А.Г., Скворцова Г.П.; заявитель и патентообладатель Институт химии Сибирского отделения РАН. – № 2005103439/04; заявл. 09.02.2005; опубл. 10.04.2006, Бюл. № 10. – 6 с.

References

1. Aktual'noe sostojanie otrasli kompleksnoj pererabotki listvennicy / A. V. Safina, R. G. Safin, A. R. Hajrutdinova, Sajfutdinov D.M., Valeev K.V., Asaeva L.Sh. // *Derevoobratyvajushhaja promyshlennost'*. – 2018. – № 1. – S. 83-91.
2. Kompleksnaja pererabotka othodov drevesiny listvennicy / Z. G. Sattarova, K. V. Valeev, A. R. Hajrutdinova, D. M. Sajfutdinov // *Derevoobratyvajushhaja promyshlennost'*. – 2017. – № 3. – S. 36-40.
3. Pat. 2038094 Rossijskaja Federacija, MPK A61K 35/78, C07D 311/32. Sposob poluchenija digidrokvercetina / Tjukavkina N.A., Gavrilova T.F., Kolesnik Ju.A., Rulenko I.A., Naumov V.V., Naumov O.V., Ruchkin V.E.; zajavitel' i patentoobladatel' Irkutskij institut organicheskoj himii SO RAN. – № 93015335/04; zajavl. 23.03.1993; opubl. 27.06.1995, Bjul. № 18. – 6 s.
4. Issledovanie vlijanija koncentracii vodno-jetanol'nogo rastvora na vyhod biologicheski aktivnyh veshhestv iz drevesiny listvennicy / A. V. Safina, D. F. Ziatdinova, R. G. Safin [i dr.] // *Derevoobratyvajushhaja promyshlennost'*. – 2020. – № 4. – S. 31-38.
5. Pat. 2273646 Rossijskaja Federacija, MPK C08B 37/00. Sposob poluchenija arabinogalaktana / Babkin V.A., Ostrouhova L.A., Trofimova N.N., Mihajlov A.G., Skvorcova G.P.; zajavitel' i patentoobladatel' Institut himii Sibirskogo otdelenija RAN. – № 2005103439/04; zajavl. 09.02.2005; opubl. 10.04.2006, Bjul. № 10. – 6 s.