

Рекомендована д. фармац. наук, проф. Д. І. Дмитрієвським

УДК 581.6

## ДОСЛІДЖЕННЯ РЕЖИМІВ СУБЛІМАЦІЙНОГО СУШІННЯ РОСЛИННИХ СОКІВ

©Л. В. Соколова

Тернопільський державний медичний університет імені І. Я. Горбачевського

**Резюме:** у статті представлено результати дослідження режимів сублімаційного сушіння рослинних соків. Експериментально встановлено загальну тривалість сублімаційного процесу для отримання ліофілізованих порошків кавуна, аронії та артишоку. Встановлено, що відпрацювання оптимального розведення рослинних соків, введення структуроутворювачів і криопротекторів, експериментальні дослідження з визначення криогідратної температури та режимів і способів заморожування дозволило пришвидшити і скоротити всі стадії сублімації.

**Ключові слова:** рослинні соки, сублімація, сушіння.

**Вступ.** Сублімаційне висушування продуктів (сублімаційне вакуумне сушіння, також відоме як ліофілізація або сублімація) – це видалення вологи зі свіжозаморожених продуктів в умовах вакууму. Консервування сублімаційним сушінням є прогресивною технологією, а в ряді випадків – не має альтернативи [1, 6, 16, 17, 18].

При розробці оптимальної технології отримання фітосубстанцій слід враховувати деякі особливості технологічного процесу сублімаційного сушіння. Процес сублімаційного висушування продуктів складається з двох основних етапів (заморожування та сушіння продукту) і етапу досушування. Перший етап – це заморожування продукту при температурі нижче його точки затвердіння (евтектики) [19, 20, 21]. Криогенна (евтектична) температура – є одним із основних параметрів, який визначає зберігання вихідних властивостей лікарських препаратів після їх сублімаційного сушіння. Вона показує температуру, при якій необхідно починати сушіння. Вказана величина повинна бути достатньо низькою, щоб попередити сплавлення препарату, а також достатньо високою, щоб скоротити термін сушки. Якщо сублімація в вакуумі перебігає при температурі вище граничної допустимої для досліджуваного матеріалу, то відбувається часткове розморожування верхніх шарів, інколи цей процес може переходити у більш глибокі шари. Даний процес може порушити структуру висушеної субстанції, зменшує поверхню випаровування, різко знижує швидкість сушки і погіршує якість готового продукту [5, 10, 16, 19, 20, 21].

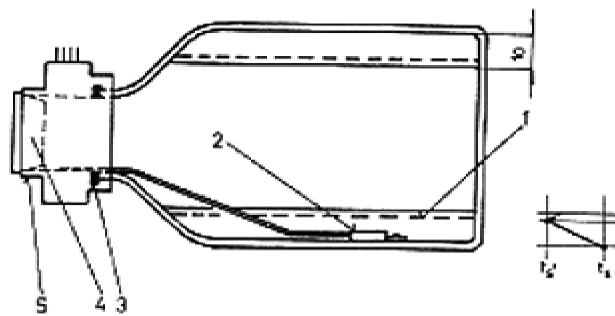
Окрім того, попередньо проведеними експериментальними дослідженнями встановлено, що до важливих факторів, які впливають на динаміку сублімаційного сушіння рослинних об'єктів, тривалість ліофілізації, якість готового продукту впливають різні чинники, зокрема: концентра-

ція рослинних соків, наявність структуроутворювачів і криопротекторів, режими і способи заморожування тощо [2–4, 7–9, 11, 12–15].

Мета роботи – вивчення режимів і динаміки сублімаційного сушіння рослинних соків аронії, артишоку та кавуна.

**Методи дослідження.** Об'єкти дослідження – розведені рослинні соки аронії, артишоку та кавуна з різними структуроутворювачами.

Для визначення температури евтектики використано найдоступніший і найпоширеніший метод вимірювання евтектичної температури зразка при розморожуванні (висушуванні) зразка; в цьому випадку евтектична температура дорівнює сублімаційній температурі. Температурні показники фіксували за допомогою датчика, встановленого на стінці флакона, як показано на рисунку 1.



**Рис. 1.** Вигляд у розрізі флакона із встановленим датчиком (1 – рівень сублімації, 2 – датчик для флакона, 3 – потовщення, 4 – пробка для заморожування, 5 – бортик для анемометра).

Сублімаційне сушіння рослинних соків проводили на установці для сублімаційного сушіння LZ – 45.27 (Чехія). Установа оснащена електронною системою керування для автоматичного контролю процесу, електронним приладом для контролю і запису змін залишкової вологи, евтектичним монітором для визначення основ-

них параметрів матеріалу. Установка складається із сублімаційної камери, машинного відділення, електричного щита керування установкою, на якому змонтований прилад: регулятор підігріву касет; реле часу, яке автоматично переключає підігрів під час другого періоду сушки; прилад для вимірювання вакууму і відключення підігріву при підвищенні тиску вище встановленого; самописець, а також набір касет і стоек, необхідних для сушіння. Контроль параметрів сушіння, фіксування температурних режимів здійснювали за допомогою автоматичного самописця «Зенакорд», який контролює температуру самого продукту, грюючих полиць, температуру випаровувача та вакуумні датчики, які реєструють тиск в камерах. Графічний запис проводився на діаграмній стрічці.

**Результати й обговорення.** На першому етапі досліджень серіями проведених експериментів встановлено евтектичні температури рослинних соків: нерозведеного соку кавуна: мінус 18 °С, розведеного соку артишоку (1:1) мінус 20 °С, розведеного соку аронії (1:2) мінус 22,5 °С. При відпрацюванні режимів сушіння брали до уваги значення евтектичної температури. При температурі нижче 2 – 3 °С градуса від евтектичної проводили загрузку в субліматор.

Зазвичай з продукту при сублімації при мінусових температурах видаляється до 75 % вологи, тривалість процесу становить до 70 – 80 % основного часу. Досушування продукту відбувається при плюсових температурах. На обох етапах значення допустимих температур регламентуються технологічним процесом, заснованим на властивості продукту і часу висушування. Враховуючи хімічний склад БАР кавуна, ар-

тишоку, аронії, рекомендації до певних промислових умов температура досушування не перевищувала плюс 40 °С, що дало змогу повністю зберегти термолабільні речовини. Тривалість періоду видалення залишкової вологи складає приблизно до 30 % від загального часу. Видаляється залишкова волога: до 30 % вологи від її початкової кількості.

Дослідження режимів і динаміки сублімаційного сушіння рослинних соків здійснювали в автоматичному режимі.

Попередньо заморожені соки (у флаконах або деку) шаром 10 мм, вносили в попередньо охолоджену камеру сублімаційної установки, герметизували. Температура при загрузці касет була від мінус 23 до мінус 25 °С, та відповідала або була близькою до евтектичної температури соків. Декілька годин заморожені соки витримували при цій проміжній температурі, для попередження деструктивних змін клітинних структур. Після цього включали вакуум і відкачували повітря.

Діаграми сублімаційного сушіння рослинних соків кавуна, артишоку та аронії наведено на рисунках 2 – 4.

Перший злам на діаграмних стрічках відповідає моменту включення вакууму. Спостерігається зниження температури, температура продукту складає мінус 45 – мінус 47 °С, (рис. 2–4). Температура змійовика (випаровувача) становила: мінус 50 – мінус 55 °С. Через 2 – 2,5 години включається поступовий підігрів полиць (касет), який поступово підвищується протягом всього часу, але не перевищує плюс 40 °С. Ця фаза сублімації найтриваліша, в цей час швидкість сублімації знижується, що видно із діаграмних стрічок, оскільки збільшується швидкість і опір водяних

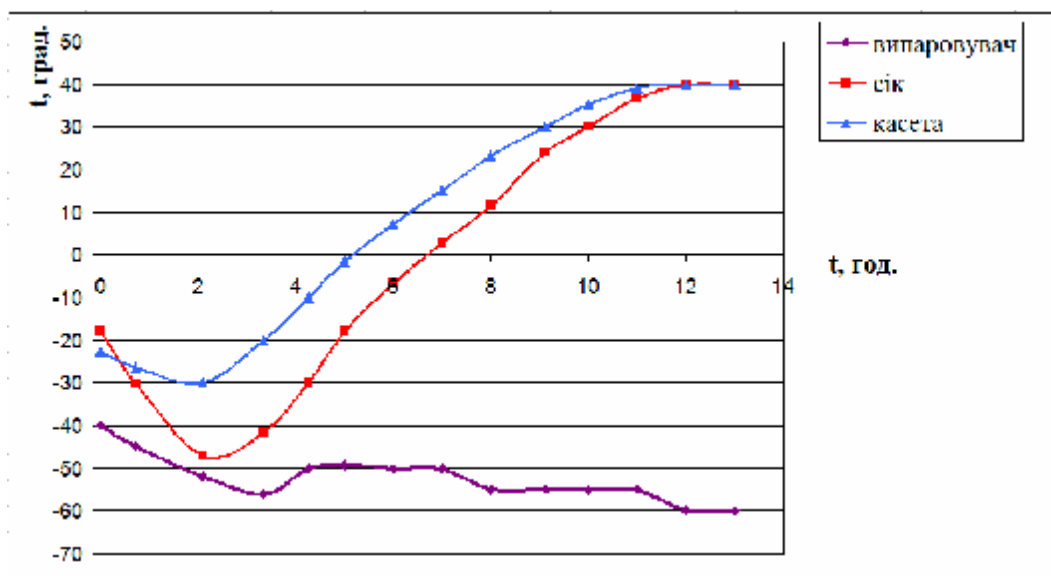


Рис. 2. Графік сублімаційного сушіння соку кавуна.

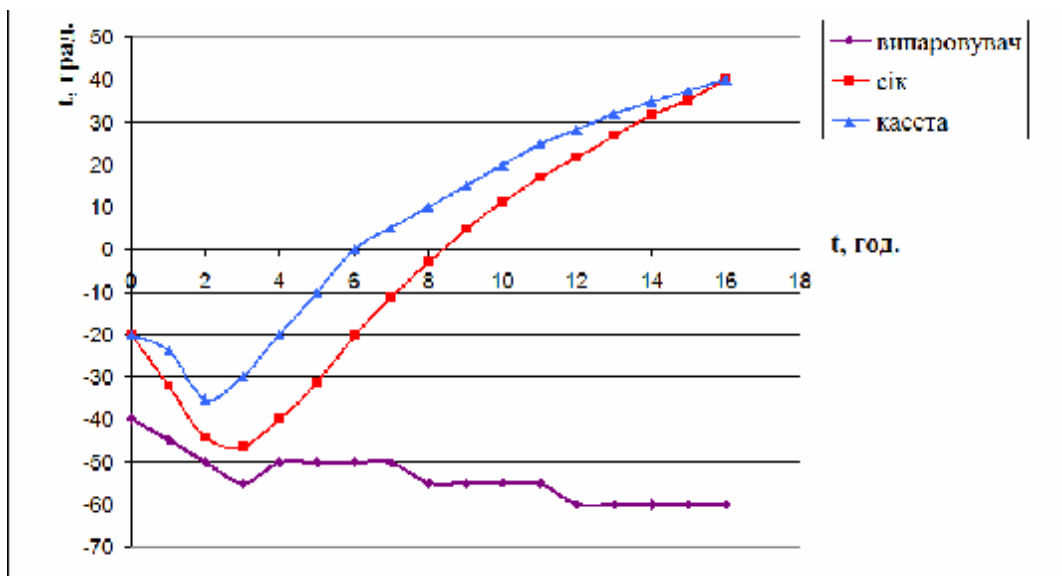


Рис. 3. Графік сублімаційного сушіння соку артишоку.

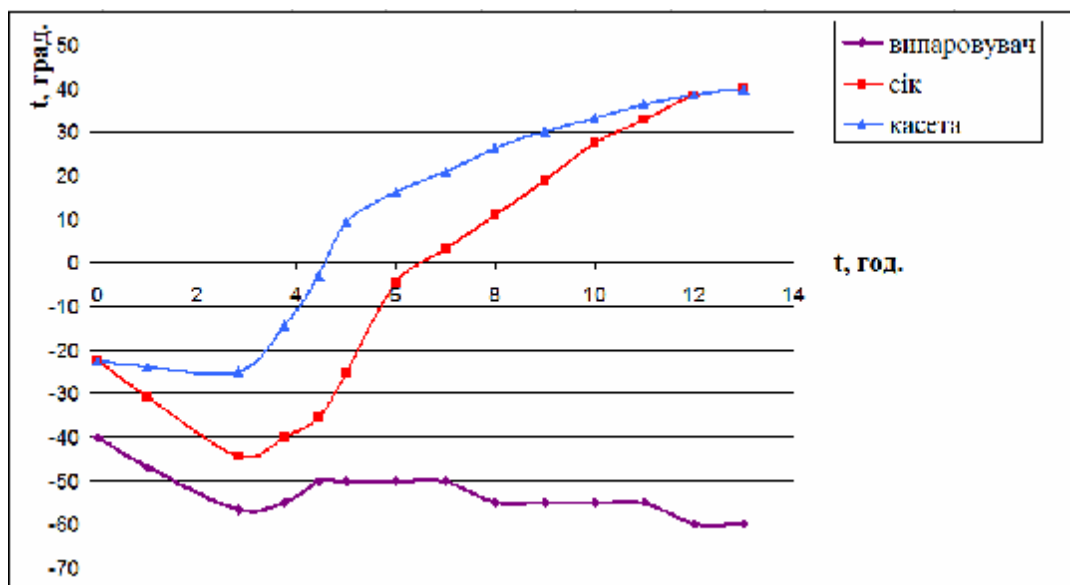


Рис. 4. Графік сублімаційного сушіння соку аронії.

парів в мікропористому шарі. Режим та швидкість переміщення пари по капілярах шару, який висихає, залежить від хімічного складу БАР, форми води в соках (вільна, зв'язана), евтектичної температури і розрідження в системі. Переміщення пари, ймовірно, супроводжується адсорбцією частини її висохлими шарами, які мають високу гігроскопічність, з наступним вторинним виділенням пари за рахунок витрати додаткової теплоти десорбції, що підводиться до поверхневих шарів. Завершення процесу сублімаційного сушіння відбувається, коли температура всього продукту стає плюсовою. До цього часу в продукті залишається головним чином зв'язана волога, для видалення якої потрібно

підвищена витрата енергії. Однак підведення тепла в товщу підсохлого продукту, що став пористим, утруднений. Тому останній період процесу, досушування матеріалу до заданої кінцевої вологості, відбувається при зниженні швидкості сушіння і безперервному підвищенні температури продукту. Випаровувач вбирає в себе пари води, яка випаровується та обмерзає, при цьому температура знижується. Процес сублімації мав різну тривалість: найменша у кавуна і аронії – 7–8 годин, більш тривала у артишоку – до 12 годин. Внаслідок зменшення самоохолодження продукту при нижчій інтенсивності пароутворення температура продуктів починає підвищуватися. Зона сублімації, заглиб-

люючись, сягає центрального шару продукту, і, нарешті, переганяється весь лід, який містився у зразку.

Досушування соків (десорбція) – є обов'язковою стадією сублімаційного сушіння становить декілька годин. На цій стадії скидається вакуум. Експериментально встановлено, що загальна тривалість сублімаційного процесу становила 11–13 годин для отримання ліофілізованих порошоків кавуна та аронії та 16 – 17 годин для отримання ліофілізованого порошка артишоку (див. рис. 2–4).

**Висновки.** Досліджено режими і динаміку

сублімаційного сушіння рослинних соків аронії, артишоку та кавуна. Встановлено загальну тривалість сублімаційного процесу для отримання ліофілізованих порошоків кавуна, аронії та артишоку, яка становить від 11 до 18 годин. Доведено, що відпрацювання оптимального розведення рослинних соків, введення структуроутворювачів і криопротекторів, визначення криогідратної температури та режимів і способів заморожування дозволило пришвидшити і скоротити всі стадії сублімації та отримати сублімовані порошки рослин відповідної якості із високим ступенем зневоднення.

### Література

1. Арсланов Ф. Р. К вопросу о сохранении витаминов в перерабатываемой плодовоовощной продукции при сублимировании / Ф. Р. Арсланов, И. Г. Поспелова // Современные проблемы аграрной науки и пути их решения: материалы всероссийской научно-практической конференции. – Ижевск: ФГОУ ВПО Ижевская ГСХА, 2005. – Т. II. – С. 508–512.
2. Барна О. М. Изучение некоторых технологических свойств лиофилизированных порошков аронии / О. М. Барна, Л. В. Соколова // Материалы VIII Международной научно-практической конференции. – Витебск. – 2008. – С. 494–495.
3. Барна О. М. Фізико-хімічне дослідження сублімованих екстрактів аронії з різними структуроутворювачами / О. М. Барна, Л. В. Соколова // Медична хімія. – 2005. – Т. 7, № 4. – С. 22–26.
4. Визначення температури замерзання соків аронії та артишоку / Л. В. Соколова, Л. М. Іванець, А. Є. Соколова, С. О. Хара // Здобутки клінічної та експериментальної медицини. – 2011. – № 2 (13). – С. 166–169.
5. Исследование режимов сублимационной сушки бактериальной массы ацидофильных лактобактерий с фруктовым компонентом [Электронный ресурс] / [Г. В. Семенов, П. Г. Нестеренко, В. А. Самойлов] // Вестник СевКавГТУ, 31. – 2003. – Режим доступа: <http://www.ncstu.ru>
6. Клочкова Т. И. Исследования по оптимизации производства и стандартизации лиофилизированных препаратов на примере противоопухолевых лекарственных средств: дисс. ... доктора фармацевтических наук: 15.00.01 / Клочкова Татьяна Ивановна. – Москва, 2005. – 198 с.
7. Пат. 43236 А Україна, А 61 К 36/00. Спосіб отримання фітосубстанції на основі аронії чорноплідної / Барна О. М., Соколова Л. В. – № 02081; заяв. 10.03.09; опубл. 10.08.2009., Бюл. № 15. – 4 с.
8. Пат. 46453 А Україна, А 61 К 36/00. Спосіб отримання фітосубстанції на основі кавуна звичайного / Соколова Л. В., Горобець С. В., Вовчук О. О., Тихонова С. О., Скрипник-Тихонов Р. І., Шаповал О. М., Лукиченко О. В. – № у 2009 06117; заяв. 15.06.09; опубл. 25.12.2009., Бюл. № 24. – 4 с.
9. Пат. 60775 А Україна, А 61 К 35/00. Спосіб отримання сухого порошку артишоку посівного / Соколова Л. В., Соколова А. Є. – № у 2010 15235; заяв. 17.12.10; опубл. 25.06.2011., Бюл. № 12. – 4 с.
10. Сажин Б. С. Научные основы техники сушки / Б. С. Сажин, В. Б. Сажин. – М.: Наука, 1997. – 448 с.
11. Соколова Л. В. Вивчення кристалграфічних характеристик ліофілізованих порошоків кавуна звичайного / Л. В. Соколова, О. О. Вовчук // Фармацевтичний часопис. – 2007. – № 2. – С. 61–64.
12. Соколова Л. В. Вплив методу заморожування перед сублімацією на фармако-технологічні характеристики порошоків аронії / Л. В. Соколова, О. М. Барна // Фармацевтичний часопис. – 2009. – № 4. – С. 44–46.
13. Соколова Л. В. Дослідження впливу методу заморожування і техніки сублімації на фармако-технологічні характеристики порошоків кавуну / Л. В. Соколова, С. О. Тихонова // Вісник фармації. – 2010. – № 2 (62). – С. 10–12.
14. Соколова Л. В. Дослідження впливу структуроутворювачів на вміст мінеральних речовин у сублімованих порошках кавуна / Л. В. Соколова // Медична хімія. – 2010. – № 4. – С. 102–105.
15. Соколова Л. В. Дослідження впливу сублімації на кількісний вміст відновлюючих цукрів у кавуні / Л. В. Соколова, С. О. Тихонова, Л. В. Вронська // Вісник фармації. – 2010. – № 3(63). – С. 44–46.
16. Теорія і практика сублімаційного сушіння / [Соколова Л.В., Барна О.М., Белей Н.М. та ін.]; за ред. Л. В. Соколової. – Тернопіль: Крок, 2011. – 130 с.
17. Эрнесто Ренци. Новые разработки в технологии лиофилизации / Ренци Эрнесто // Материалы научно-технической конференции. Компания «ВОС Edwards Pharmaceutical Systems» (Тонована, США). – М. – 2005. – С. 58–63.
18. B. S. Chang / Development of an Efficient Single-Step Freeze-Drying Cycle for Protein Formulations // B. S. Chang, N. L. Fischer. – Pharm. Res. 12. – 1995. – P. 831–837.
19. M. J. Pikal / The Collapse Temperature in Freeze Drying: Dependence on Measurement Methodology and Rate of Water Removal from the Glassy Phase / M. J. Pikal, S. Shah // Int. J. Pharm. – Vol. 62. – 1990. – P. 165–186.

20. N. Milton / Evaluation of Manometric Temperature Measurement as a Method of Monitoring Product Temperature During Lyophilization // N. Milton. – PDA J. Pharm. Sci. Technol. – Vol. 51. – 1997. – P. 7–16.
21. Understanding Lyophilization Formulation

Development [Электронний ресурс] // [Frank Kofi Bedu-Addo]. – Pharmaceutical Technology LYOPHILIZATION. – 2004. – P. 10-18. – Режим доступу до журн.: www.pharmtech.com

## **ИССЛЕДОВАНИЕ РЕЖИМОВ СУБЛИМАЦИОННОЙ СУШКИ РАСТИТЕЛЬНЫХ СОКОВ**

**Л. В. Соколова**

*Тернопольский государственный медицинский университет имени И. Я. Горбачевского*

**Резюме:** в статье представлены результаты исследования режимов сублимационной сушки растительных соков. Экспериментально установлена общая продолжительность сублимационного процесса для получения лиофилизированных порошков арбуза, аронии и артишока. Установлено, что отработка оптимального разведения растительных соков, введения структурообразователей и криопротекторов, экспериментальные исследования по определению криогидратной температуры и режимов и способов замораживания позволило ускорить и сократить все стадии сублимации.

**Ключевые слова:** растительные соки, сублимация, сушка.

## **RESEARCH OF DYNAMICS OF VEGETABLE JUICES FREEZE-DRYING**

**L. V. Sokolova**

*Ternopil State Medical University by I. Ya. Horbachevsky*

**Summary:** the results of research of the dynamics of vegetable juices freeze-drying are represented in the article. Total duration of freeze-drying process was experimentally determined for lyophilized powders of watermelon, aronia and artichoke. It was found out that testing of optimal dilutions of vegetable juices, adding structure- and cryoprotectants, experimental research to determine the cryohydrated temperature allowed to speed up and shorten all stages of sublimation.

**Key words:** vegetable juices, sublimation, freeze-drying.