

УДК 544.726:544.732.2

DOI: 10.36979/1694-500X-2024-24-8-118-123

**ИССЛЕДОВАНИЕ МОРФОЛОГИИ ПОВЕРХНОСТИ
ЭНЕРГОДИСПЕРСИОННОГО СПЕКТРА И ИК-СПЕКТРА ОБРАЗЦА ПЕКТИНА,
ВЫДЕЛЕННОГО ИЗ ЯБЛОК**

И.П. Гайнуллина, С.О. Карабаев, И.М. Локина, М.Р. Садырова

Аннотация. Изучены морфология поверхности и энергодисперсионный спектр пектина, выделенного из яблок. Установлена его рыхлая, пористая, слоистая структура с присутствием крупных агрегатов с неровными краями. При большом увеличении четко различима обособленность частиц. Обнаружена неоднородность образца по содержанию макроэлементов и незначительное количество зольных элементов. Проведен функциональный анализ пектина по данным ИК-Фурье спектроскопии. Показано, что образец биополимера содержит свободные, ионизированные и этерифицированные карбоксильные группы.

Ключевые слова: пектин; морфология поверхности; энергодисперсионный спектр; ИК-спектр.

**АЛМАЛАРДАН БӨЛҮНҮП АЛЫНГАН ПЕКТИН ҮЛГҮСҮНДӨГҮ ИК-СПЕКТРИН
ЖАНА ЭНЕРГОДИСПЕРСИЯЛЫК СПЕКТРИН,
БЕТТИК МОРФОЛОГИЯСЫН ИЗИЛДӨӨ**

И.П. Гайнуллина, С.О. Карабаев, И.М. Локина, М.Р. Садырова

Аннотация. Алмадан бөлүнүп алынган пектиндин энергодисперсиялык спектри, беттик морфологиясын изилденди. Анын борпоң, көзөнөкчөлүү, катмарлуу, кырлары тегиз эмес ири агрегаттары бар түзүлүшү аныкталды. Чоң масштабда бөлүкчөлөрдүн өз-өзүнчө болушу так билинип турат. Макроэлементтердин саны боюнча үлгүнүн бир өңчөй эмес болгондугу жана күл элементтеринин саны аз экендиги аныкталды. ИК-Фурье спектроскопиянын маалыматтары боюнча пектиндин функционалдык анализи жүргүзүлдү. Биополимердин үлгүсү эркин, иондоштурулган жана этерифицирленген карбоксил топторун камтыганы көрсөтүлгөн.

Түйүндүү сөздөр: пектин; беттик морфология; энергодисперсиялык спектр; ИК-спектр.

**RESEARCH OF SURFACE MORPHOLOGY, ENERGY DISPERSIVE SPECTRUM
AND IR SPECTRUM OF PECTIN SAMPLE EXTRACTED FROM APPLES**

I.P. Gainullina, S.O. Karabaev, I.M. Lokshina, M.R. Sadyrova

Abstract. The surface morphology and energy-dispersive spectrum of pectin extracted from apples have been studied. The sample is characterized by a loose, porous, layered structure with the presence of large aggregates with irregular edges. At high magnification, the isolation of particles is clearly distinguishable. The sample exhibited considerable heterogeneity in terms of macronutrient content, with an insignificant amount of ash elements. Functional analysis of pectin was conducted via FT-IR spectroscopy, which revealed the presence of free, ionised and esterified carboxyl groups.

Keywords: pectin; surface morphology; energy dispersive spectrum; infrared spectrum.

Введение. Пектиновые вещества – это группа высокомолекулярных полисахаридов, входящих в состав клеточных стенок и межклеточных образований растений совместно с целлюлозой, гемицеллюлозой, лигнином [1]. Пектин – это сухой, порошкообразный продукт, состоящий преимущественно из частично этерифицированной метанолом полигалактуроновой кислоты и ее натриевых, калиевых, кальциевых и аммониевых солей. Массовая доля галактуроновой кислоты в сухом обеззоленном веществе составляет не менее 65 %. Полигалактуроновая кислота представляет собой линейный полимер, молекула которого состоит из связанных 1,4-гликозидными связями остатков α -D-галактуроновой кислоты [2].

Одним из важнейших свойств пектиновых веществ является их способность образовывать в растворах комплексы с катионами тяжелых металлов. При этом медико-биологические исследования показывают способность пектинов снижать содержание в организме радионуклидов, декарпорировать тяжелые металлы [3–5].

В связи с этим, было интересно исследовать морфологию поверхности, энергодисперсионный спектр и ИК-спектр исследуемого образца пектина с целью дальнейшего изучения его сорбционной способности в растворах по отношению к ионам тяжелых металлов.

В работе был исследован образец пектина, выделенный из яблок, представляющий собой порошок светло-серого цвета со следующими исходными характеристиками: молекулярная масса $M_r = 26$ kDa, степень этерификации 59–65 %. Исследуемый образец включал 99,5 % пектина и 0,5 % глюкозы.

Результаты и обсуждение

ИК-спектроскопия образца пектина, выделенного из яблок. Измерение ИК-спектра исследуемого объекта проводили на ИК-Фурье спектрометре «Nikolet Avatar 370 GDTS» в интервале значений частот от 4000 до 400 см^{-1} . Для этого образец растирали в ступке с бромидом калия (KBr) в соотношении 1:300 с последующим таблетированием. Полученный ИК-спектр исследуемого образца пектина приведен на рисунке 1.

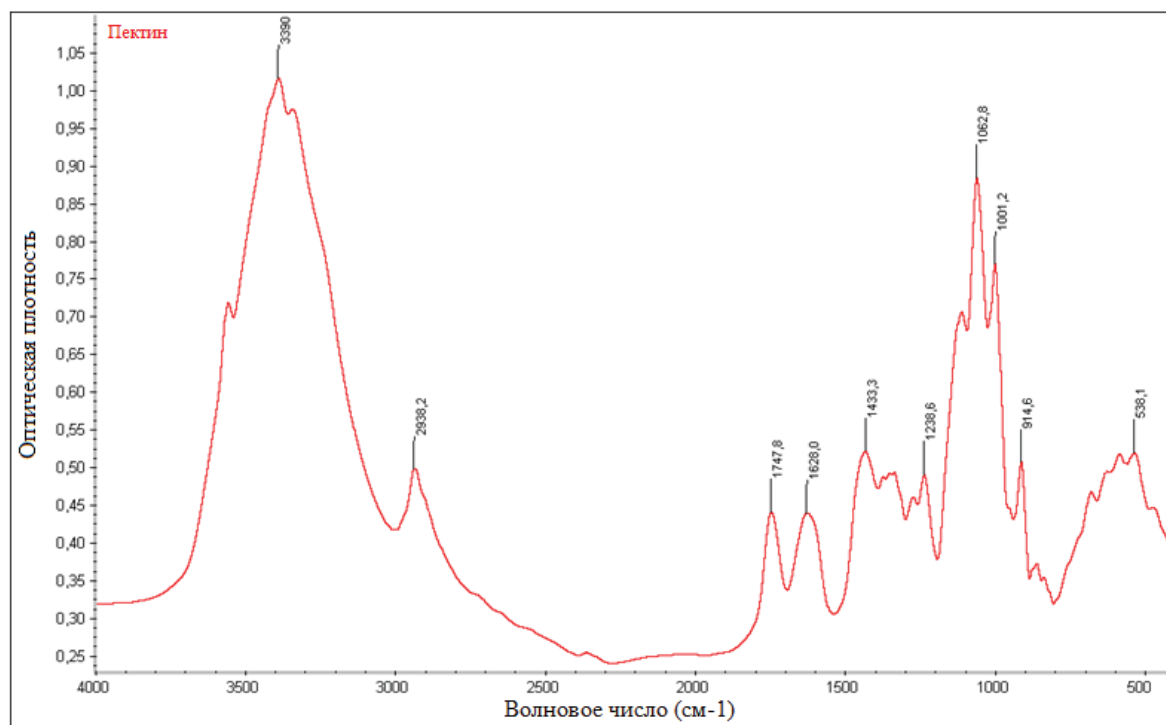


Рисунок 1 – ИК-спектр исследуемого образца пектина

Таблица 1 – Характеристические полосы поглощения исследуемого образца пектина

Частота поглощения, см ⁻¹	Отнесения полос поглощения
3390	Валентные колебания ОН-групп, участвующих в межмолекулярных и внутримолекулярных водородных связях
2938	Валентные колебания С-Н в метиленовых (СН ₂) и метинных группировках (СН)
1748	Валентные колебания карбонила С = О сложноэфирной и карбоксильной групп
1628	Валентные колебания ионизированной карбоксильной группы, деформационные колебания адсорбированной воды
1433	Деформационные плоскостные колебания –О-СН ₂ сложноэфирной группы
1237	Деформационные колебания ОН групп в недиссоциированных карбоксильных группах, валентные колебания сложноэфирной группы С-О-С
1063 1001	Валентные колебания пиранозных колец и колебания С-О
915	Маятниковые колебания метила сложноэфирной группы
538	Пульсационные колебания пиранозных колец

Основные полосы поглощения исследуемого образца пектина представлены в таблице 1.

В ИК-спектре исследуемого образца пектина присутствуют все колебания, соответствующие характеристическим полосам поглощения пектинов [6–8]. Полоса с пиком 1747 см⁻¹, отнесенная к валентным колебаниям С = О карбоксильных и сложноэфирных групп, а также полоса с пиком 1628 см⁻¹, отнесенная к колебаниям ионизированной карбоксильной группы (СОО⁻), свидетельствуют о том, что исследуемый образец биополимера содержит различное количество свободных, ионизированных и этерифицированных карбоксильных групп.

Морфология поверхности пектина. Исследование морфологии поверхности пектина проводили на растровом электронном микроскопе «VEGA3 TESCAN». В качестве датчика применялся внутрикамерный детектор вторичных электронов типа Эверхарта-Торнли (SEI). Данный прибор позволяет исследовать топографию поверхности, морфологический анализ частиц и волокон, а также определить элементный состав вещества.

Исследуемый образец пектина сканировали при различных увеличениях. Соответствующие микрофотографии приведены на рисунке 2.

На рисунке 2 видно, что исследуемый образец пектина имеет рыхлую, пористую и слоистую структуру, кроме того, наблюдаются крупные по размерам агрегаты с неровными краями. При большом увеличении четко различима обособленность частиц. Длина частиц составляет от 60 до 150 мкм, а ширина – от 30 до 77 мкм. Средняя длина агрегатов составляет от 206 до 353 мкм, а ширина – от 88 до 176 мкм. Крупные фрагменты имеют длину от 1 до 12 мкм, а ширину от 1 до 4 мкм. Также на рисунке 4 видно, что на поверхности частиц присутствуют дефекты и поры.

Энергодисперсионный спектр образца пектина. Локальный микроспектральный анализ исследуемого образца также проводили на РЭМ «VEGA3 TESCAN» с использованием EDS анализатора X-АСТ. Результаты измерений приведены на рисунке 3.

Исследование локального элементного состава пектина проводили в нескольких морфологически различных точках поверхности. Данные по относительному содержанию элементов по выбранным кандидатам выводились в атомных процентах. Анализ данных таблиц энергодисперсионного спектра показывает, что элементный состав исследуемого образца пектина в разных точках различается. Стандартное отклонение для углерода (С) составляет ±1,48 атом. % во всех рассматриваемых точках поверхности образца пектина. Из данных таблицы 1 также видно, что макроэлементами пектина являются углерод (С) и кислород (О) – 99,65 атом. %. В образце присутствует незначительное количество таких зольных элементов как Na, Ca, Si, K, P, Mg, Al, S, которые в совокупности составляют 0,35 атом. %.

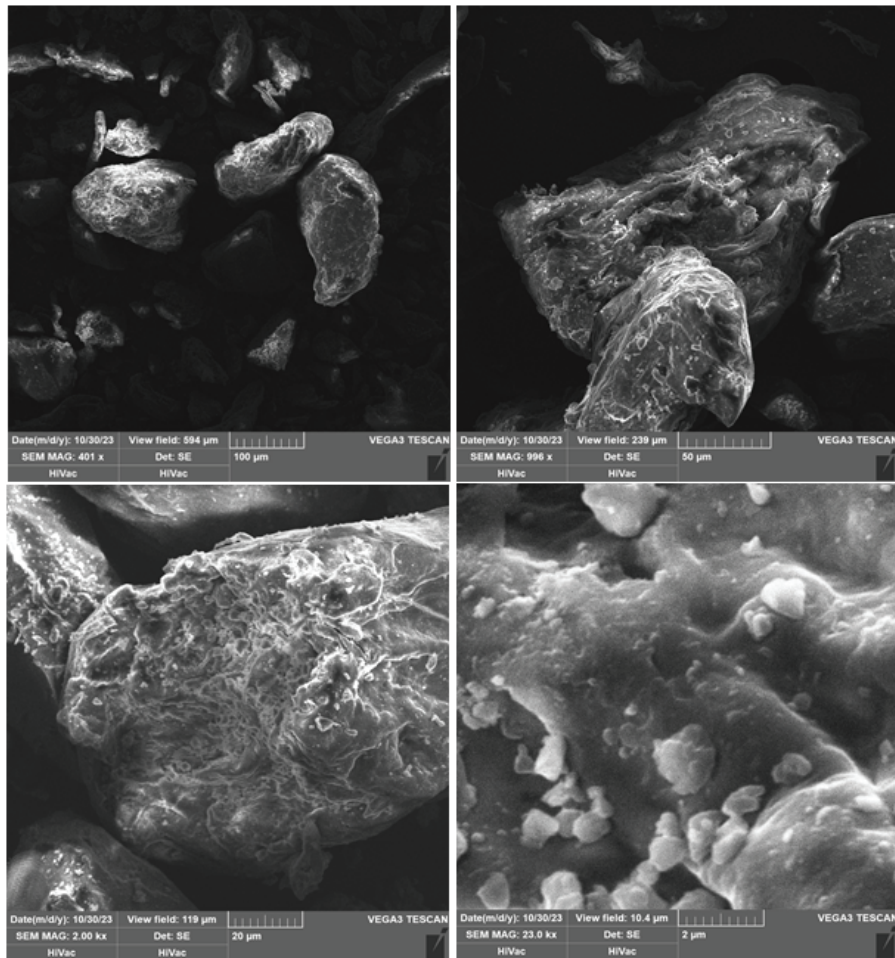


Рисунок 2 – Микрофотографии пектина при различных увеличениях

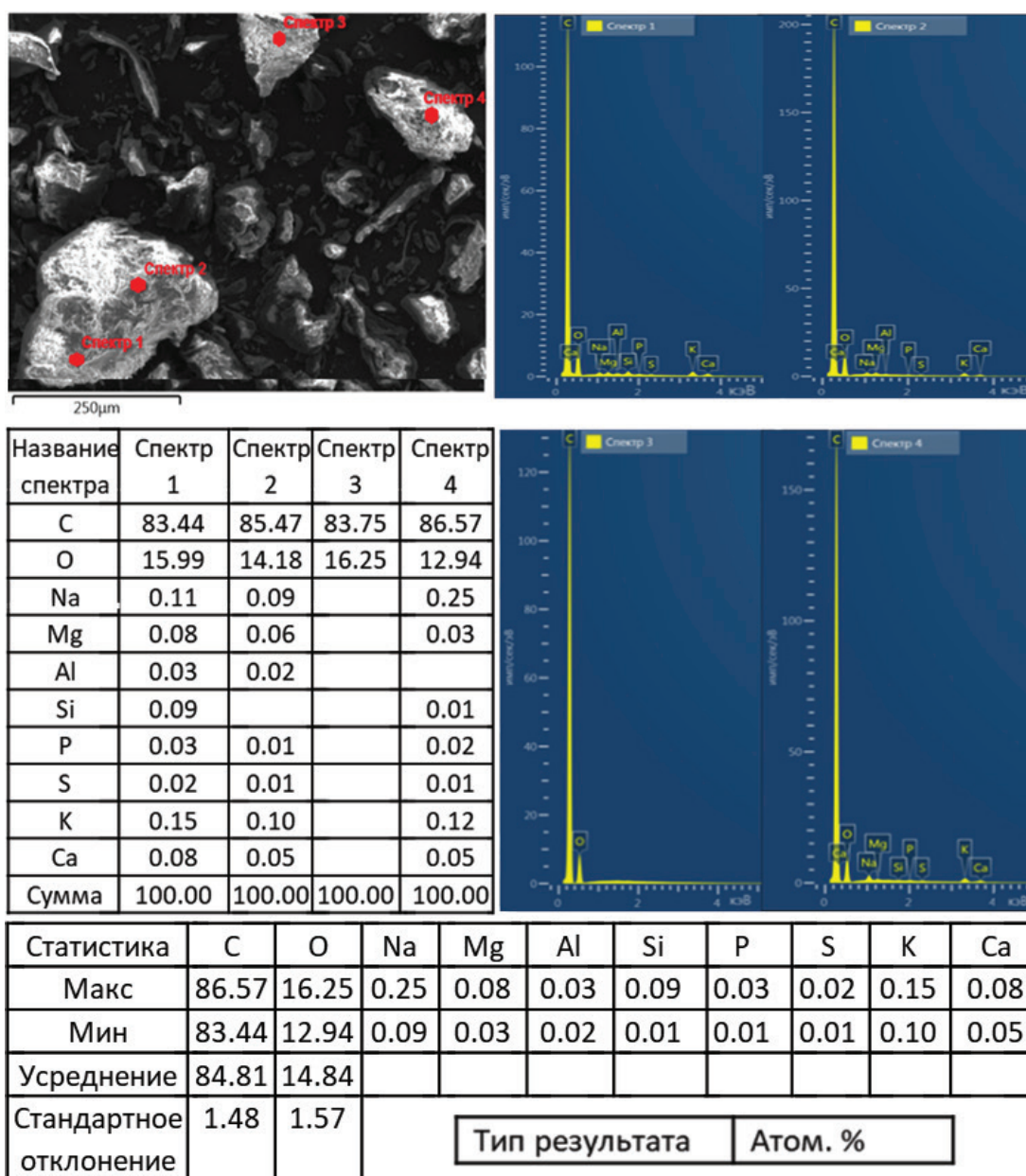


Рисунок 3 – Энергодисперсионный спектр исследуемого образца пектина

Выводы. Результаты исследований образца пектина, выделенного из яблок, а также анализ функционального состава и морфологии его поверхности показали, что он имеет хорошую растворимость в воде, а наличие свободных и ионизированных карбоксильных групп высокой пористости, слоистости и шероховатости позволяет использовать его в качестве сорбента. Природное происхождение пектина, его биоразлагаемость обеспечат экологическую безопасность при его использовании для очистки различных сред от экотоксикантов.

Поступила: 13.05.24; рецензирована: 27.05.24; принята: 29.05.24.

Литература

1. *Аверьянова Е.В.* Пектин: методы выделения и свойства: методические рекомендации для студентов / Е.В. Аверьянова, М.Н. Школьников. Бийск: Алт. госуд. тех. ун-т, 2015. 42 с.
2. ГОСТ Р 51806–2001 Пектин термины и определения. М.: Госстандарт России, 2001. 4 с.
3. *Ильина И.А.* Методологические основы процесса комплексообразования пектинов / И.А. Ильина, Ю.А. Сапельников, О.П. Миронова, З.Г. Земскова // Известия вузов. Пищевая технология. 2003. № 5-6. 2003. С. 35–38.
4. *Михеева Л.А.* Изучение комплексообразующей способности пектина по отношению к меди и свинцу / Л.А. Михеева, М.А. Февралева, Г.Т. Брынских, А.В. Тры / Ульяновский медико-биологический журнал. 2017. № 2. С. 111–115.
5. *Михеева Л.А.* Получение и некоторые химические свойства пектинов растений рода амарант: дис. ... канд. хим. наук / Л.А. Михеева. Ульяновск, 2001. 205 с.
6. *Седакова В.А.* Исследование качественного состава сопутствующих сахаров в пектине различного происхождения / В.А. Седакова, Е.С. Громова // Вестник фармации. 2011. № 4 (54). С. 19–21.
7. *Наканиси К.* Инфракрасные спектры и строение органических соединений: практическое руководство / К. Наканиси; под ред. А.А. Мальцева. М.: Мир, 1965. 220 с.
8. *Тарасевич Б.Н.* ИК-спектры основных классов органических соединений. Справочные материалы / Б.Н. Тарасевич. М.: МГУ, 2012. 54 с.