

УДК 541.64:547

## **ОЧИСТКА ХИТОЗАНА *BOMBYX MORI***

**Р.Ю. Милушева, К.К. Пирниязов, С.Ш. Рашидова**

Научно-исследовательский центр химии и физики полимеров при НУУз,  
г. Ташкент

Разработана методика очистки хитозана *Bombyx mori*. Определены физико-химические характеристики очищенных образцов хитозана. Показана высокая степень чистоты очищенных образцов, увеличение растворимости, уменьшение зольности. Разработанная методика обеспечивает получение высокоочищенного хитозана высокого качества из местного сырья, способного удовлетворять потребностям потребителей.

**Ключевые слова:** *Хитозан Bombyx mori, очистка, физико-химические характеристики.*

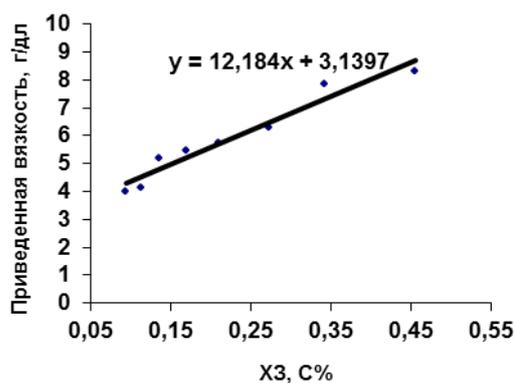
К неоспоримым достоинствам хитозана относится его совершенная безопасность для человека и окружающей среды: экологическая чистота и полная биodeградируемость в природных условиях. Однако получаемый общими методами полисахарид хитозан характеризуется структурной и химической неоднородностью, поскольку даже после обработки в жестких химических условиях содержит небольшое количество минеральных и белковых примесей, а также характеризуется широким молекулярно-массовым распределением. Последнее обуславливает образование нерастворимых гель-частиц при растворении хитозана. Перечисленные факторы существенно ограничивают его область применения. [1–3]

Поэтому решение проблемы создания эффективной технологии получения высокоочищенного хитозана является актуальной задачей.

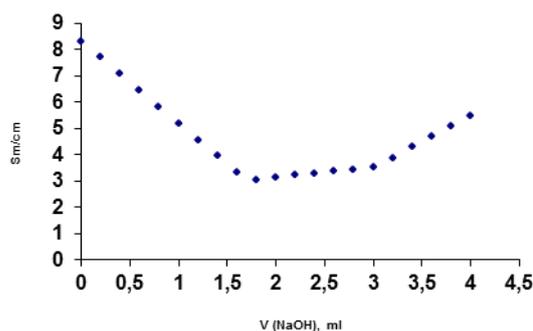
В данном исследовании мы проводили очистку хитозана, выделяемого из отходов производства шелка – куколок тутового шелкопряда *Bombyx mori*. Как и хитин, хитозан представляет собой аморфно-кристаллический полимер, для которого характерно явление полиморфизма, причем конформация макромолекул при переходе от хитина к хитозану существенно не изменяется. В то же время в процессе деацетилирования хитина заметно уменьшается общая упорядоченность структуры (степень кристалличности снижается до 40–50%). Для получения хитозана из куколок тутового шелкопряда необходимо последовательно отделить белковую и минеральную составляющие сырья, т.е. перевести их в растворимое состояние и удалить [4; 5].

В качестве сырья для получения очищенного хитозана служил хитозан, полученный в условиях технологической лаборатории Научно-

исследовательского Центра химии и физики полимеров при НУУз (г.Ташкент). Исследованы физико-химические свойства полученного хитозана методами элементного анализа, ИК-спектроскопии, рентгено-структурного анализа, СДА, ММ. Образцы охарактеризованы по содержанию азота – 7,42 %, зольности – 3,37 %, растворимости – 86,05 %, степени кристалличности – 41 %. Молекулярная масса, определенная вискозиметрически, составляет – 170 кДа; СДА, определенная кондуктометрически, – 71,5 % (рис. 1).



а



б

Рис. 1. а – характеристическая вязкость неочищенного ХЗ;  $T = 25\text{ }^{\circ}\text{C}$  в 0,3 М  $\text{CH}_3\text{COONa}$  буфере,  $[\eta] = 3,14\text{ dl/g}$ ,  $\text{MM} = 170\text{ kDa}$ ; б – СДА = 71,5%

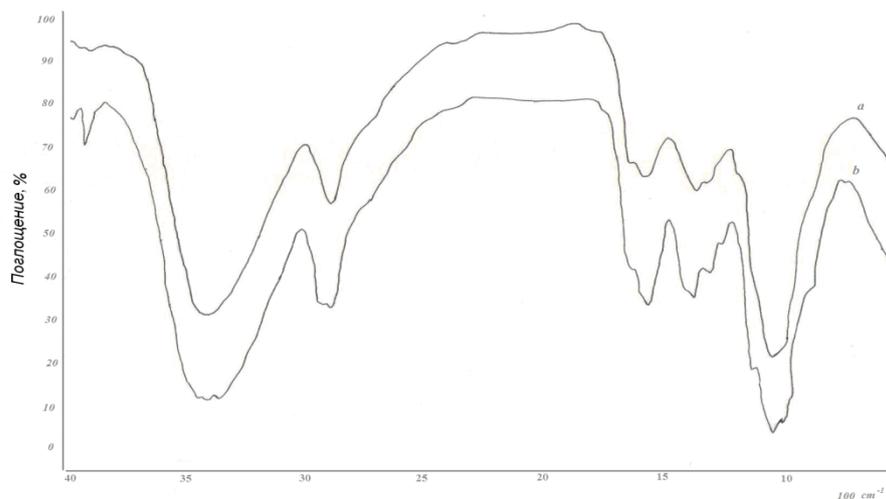
ИК-спектроскопический анализ неочищенного хитозана выявил недостаточную чистоту образца хитозана проявлением пика ацетамидной группы в обл.  $1640\text{ cm}^{-1}$  и пиком слабой интенсивности в обл.  $1550\text{--}1590\text{ cm}^{-1}$  (Амид II).

Процесс получения очищенного хитозана из куколок тутового шелкопряда *Bombyx mori* состоял из последовательных стадий растворения технического хитозана в водной уксусной кислоте, осаждения

при pH = 8–9, коагуляции, центрифугирования, лиофильной сушки на приборе «ALPHA 1-2 LD plus» при T= 50–55 °C, P= 0.3-0.5 mbar.

Физико-химические характеристики продукта должны соответствовать хитозану очищенному для медицины (сод. N – не менее 8 %, зольность – не более 2 %, растворимость – не менее 90 %).

Получено несколько партий очищенного хитозана, которые характеризуются высокой степенью чистоты: на ИК-спектрах отсутствует пик ацетамидной группы, относящийся к хитину. Пик Амид II в обл. 1590 см<sup>-1</sup> проявляется пиком большей интенсивности.



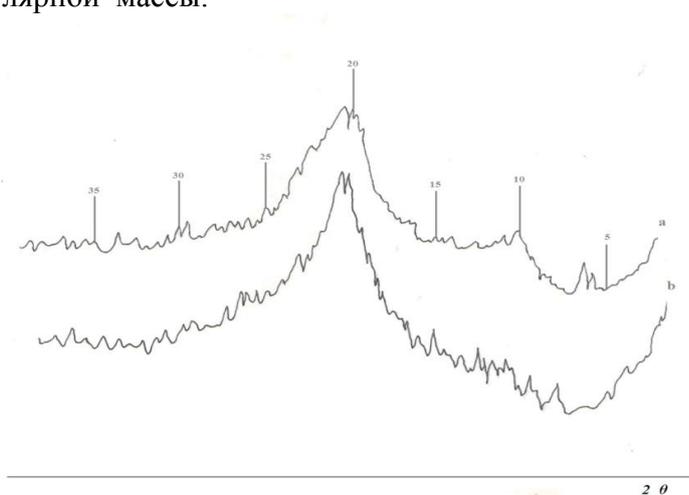
Р и с . 2. ИК спектры: а – неочищенного хитозана; б – очищенного хитозана

На рис. 3 приведена дифрактограмма очищенного хитозана. Степень кристалличности образцов снижается с 41 % для неочищенного хитина до 36–39 %, что свидетельствует об увеличении аморфизации полученных образцов хитозана.

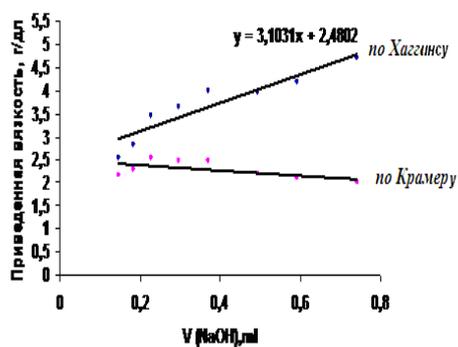
Содержание азота и растворимость полученных образцов значительно увеличиваются и достигает 8.48 и 98.8 %; соответственно. Уменьшение зольности образцов почти в 2 раза также свидетельствует об увеличении чистоты образца. Степень деацетилирования очищенных образцов всех партий не изменилась и составляет 72 %, молекулярная масса очищенных образцов хитозана снизилась и колеблется от 120 до 130 кDa (рис. 4).

На основании полученных результатов разработана методика получения очищенного хитозана с выходом 62-67 %. Показана высокая степень чистоты очищенных образцов: увеличивается содержание азота до почти теоретических значений, значительно увеличивается растворимость, уменьшается зольность образцов, степень деацетилирования

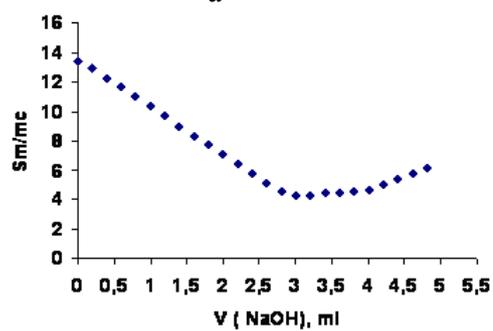
очищенных образцов остается на прежнем уровне, происходит снижение молекулярной массы.



Р и с . 3. Дифрактограмма очищенного хитозана: а – неочищенный хитозан, б – очищенный хитозан



а



Р и с . 4. а – характеристическая вязкость ХЗ очищенного  $T=25\text{ }^{\circ}\text{C}$  в  $0.3\text{ M CH}_3\text{COONa}$  буфере,  $[\eta]=2.48\text{ dl/g}$ ,  $\text{MM}=130\text{ кДа}$ ; б – СДА=72%

Таким образом, на основании проделанной работы по очистке хитозана можно сделать вывод, что разработанная методика обеспечивает получение высокоочищенного хитозана высокого качества из местного сырья, который способен служить основой для получения наноструктурированного хитозана, а также конкурировать на современном рынке и удовлетворять потребностям потребителей.

#### Список литературы

1. Хитин и хитозан. Получение, свойства и применение / под ред. К.Г. Скрябина, Г.А. Вихоревой, В.П. Варламова. М.: Наука, 2002. 368 с.
2. Гальбрайт Л.С. // Соревольский образовательный журнал. 2001. Т. 7, № 1. С. 51–56.
3. Гамзазаде А.И., Склад А.И., Рогожин С.В. // Высокомолек. соедин. 1985. Т. 27 А, № 6. С. 1179.
4. Рашидова С.Ш., Милушева Р.Ю., Пак Т.С., Воропаева Н.Л., Рубан И.Н // VIII Междунар. конф. «Современные перспективы в исследовании хитина и хитозана» (РосХит2006) и III Съезд Российского Хитинового общества, 2006, С. 53–57.
5. Рашидова С.Ш., Милушева Р.Ю. Хитин и хитозан *Bombyx mori*. Синтез, свойства и применение, Ташкент, 2009, 246 с.

#### CLEANING OF CHITOSAN *BOMBYX MORI*

**R.Yu. Milusheva, K.K.Pirniyazov, S.Sh. Rashidova**

Polymer Chemistry and Physics Research Center at the National University  
of Uzbekistan, Tashkent

A method for purifying chitosan *Bombyx mori* was developed. Physical-chemical characteristics of the purified chitosan samples were defined. The high purity of the treated samples, increasing solubility, decreasing ash were shown. The developed method provides of high quality purified chitosan from the local raw materials can meet needs of consumers.

**Keywords:** *Chitosan Bombyx mori, cleaning, physical and chemical characteristics*

*Об авторах:*

*Вестник ТвГУ. Серия "Химия". 2016. № 2.*

МИЛУШЕВА Ракия Юнусовна – кандидат химических наук, старший научный сотрудник, Научно-исследовательский центр химии и физики полимеров при НУУз, e-mail: [milur@ Rambler.ru](mailto:milur@ Rambler.ru)

ПИРНИЯЗОВ Кудрат Кадамбаевич – младший научный сотрудник, Научно-исследовательский центр химии и физики полимеров при НУУз, e-mail: [qudrat.pirniyazov@mail.ru](mailto:qudrat.pirniyazov@mail.ru)

РАШИДОВА Сайера Шарафовна – доктор химических наук, директор Научно-исследовательского центра химии и физики полимеров при НУУз, e-mail: [carbon@uzsci.net](mailto:carbon@uzsci.net)