https://doi.org/10.58805/fs.V.1(32)-12

ИССЛЕДОВАНИЕ ПАРАМЕТРОВ СУБЛИМАЦИОННОЙ СУШКИ ПОДЖЕЛУДОЧНОЙ ЖЕЛЕЗЫ КРУПНОГО РОГАТОГО СКОТА ПРИ ПОЛУЧЕНИИ ПАНКРЕАТИНА

Г.С. Кененбай[1], **У. Чоманов**[1], **А.А. Турсунов**[1]✉

[1] *Алматинский филиал ТОО «Казахский научно-исследовательский институт перерабатывающей и пищевой промышленности», Алматы, Казахстан*
✉ *Корреспондент-автор: alibektursunov@mail.ru*

В статье исследовано влияние параметров сублимационной сушки на свойства панкреатина, полученного из поджелудочной железы крупного рогатого скота. Изучено влияние температуры процесса (-20 до −50 °С), абсолютного давления (10, 100 и 200 Па), продолжительности сушки и толщины слоя материала на амилолитическую и протеолитическую активности, а также на остаточную влажность продукта.

У исследованных образцов снижение абсолютного давления сопровождалось повышением ферментативной активности, тогда как влияние температуры проявлялось в пределах исследованного диапазона и зависело от вида ферментативной активности.

Наиболее высокие наблюдаемые значения протеолитической активности при отдельных сочетаниях факторов отмечались в диапазоне −35…−50 °С.

Увеличение продолжительности процесса снижало остаточную влажность, тогда как увеличение толщины слоя замедляло удаление влаги. Рациональная область условий, обеспечивающая достижение целевой остаточной влажности 5–7 % при высоком уровне ферментативной активности, соответствовала температуре −35…−50 °С, давлению 10 Па, продолжительности процесса 12–14 ч и толщине слоя 4–6 мм.

Данный диапазон следует рассматривать как рациональную область, установленную в рамках исследованного экспериментального дизайна, а не как универсальный оптимальный режим.

Ключевые слова: температура, давление, сушка, ферментативная активность, амилолитическая активность, протеолитическая активность, говяжий панкреатин.

ІРІ ҚАРА МАЛДЫҢ ҰЙҚЫ БЕЗІНЕН ПАНКРЕАТИН АЛУ КЕЗІНДЕ СУБЛИМАЦИЯЛЫҚ КЕПТІРУ ПАРАМЕТРЛЕРІН ЗЕРТТЕУ

Г.С. Кененбай, **У. Чоманов**, **А.А. Турсунов**✉

[1] *«Қазақ қайта өңдеу және тамақ өнеркәсібі ғылыми-зерттеу институты» ЖШС Алматы филиалы, Алматы, Қазақстан*
e-mail: alibektursunov@mail.ru

Мақалада ірі қара малдың ұйқы безінен алынған панкреатиннің қасиеттеріне сублимациялық кептіру параметрлерінің әсері зерттелді. Процесс температурасының (-20-дан −50 °С-қа дейін), абсолюттік қысымның (10, 100 және 200 Па), кептіру ұзақтығының және материал қабатының қалыңдығының амилолитикалық және протеолитикалық белсенділікке, сондай-ақ өнімнің қалдық ылғалдылығына әсері бағаланды.

Абсолюттік қысымның төмендеуі панкреатиннің ферментативтік белсенділігінің жоғарылауымен қатар жүрді. Екі ферментативтік көрсеткіштің де ең жоғары мәндері 10 Па қысымда байқалды.

Протеолитикалық белсенділік үшін жоғары мәндер негізінен −35…-50 °С температуры аралығында сақталды. Кептіру ұзақтығын арттыру қалдық ылғалдылықты төмендетті, ал қабат қалыңдығын арттыру ылғалдың жойылуын баяулатты.

Мақсатты 5-7 % қалдық ылғалдылыққа және жоғары ферментативтік белсенділікке қол жеткізуді қамтамасыз ететін сублимациялық кептірудің рационалды жағдайлар аймағы −35…-50 °С температураға, 10 Па қысымға, 12-14 сағаттық ұзақтыққа және 4-6 мм қабат қалыңдығына сәйкес келді.

Бұл диапазон зерттелген эксперименттік дизайн шеңберінде белгіленген рационалды аймақ ретінде қарастырылуы тиіс және әмбебап оңтайлы режим ретінде түсіндірілмеуі керек.

Түйін сөздер: температура, қысым, кептіру, ферментативтік белсенділік, амилолитикалық белсенділік, протеолитикалық белсенділік, сиыр панкреатині.

INVESTIGATION OF THE PARAMETERS OF FREEZE-DRYING OF CATTLE PANCREAS TO OBTAIN PANCREATIN

G.S. Kenenbai, **U. Chomanov**, **A.A. Tursunov**✉

[1] *Almaty Branch of the Kazakh Research Institute of Processing and Food Industry LLP, Almaty, Kazakhstan*
e-mail: alibektursunov@mail.ru

The study investigated the influence of freeze-drying parameters on bovine pancreatin obtained from bovine pancreas. The effects of process temperature (-20 to −50 °C), absolute chamber pressure (10, 100, and 200 Pa), drying time, and material layer thickness on amylolytic activity, proteolytic activity, and residual moisture were evaluated. Lower absolute pressure was associated with higher enzymatic activity, while the temperature effect varied depending on the enzymatic response.

The highest values of both activities were observed at 10 Pa; for proteolytic activity, high values were maintained mainly at −35 to −50 °C. Increasing drying time reduced residual moisture, whereas increasing layer thickness slowed moisture removal.

Within the investigated experimental design, a rational operating range corresponding to a residual moisture content of 5-7% was −35 to −50 °C, 10 Pa, 12-14 h, and a layer thickness of 4-6 mm.

This range should be interpreted as a rational region established under the investigated conditions rather than as a universal optimum.

Keywords: temperature, pressure, drying, enzymatic activity, amylolytic activity, proteolytic activity, beef pancreatin.

Введение. Говяжий панкреатин представляет собой комплекс ферментов животного происхождения (протеазы, амилаза, липаза), получаемый из поджелудочной железы крупного рогатого скота [1]. Биологическая активность панкреатина определяется сохранностью пространственной структуры белковых молекул и функциональной целостностью активных центров [1]. В связи с высокой термолабильностью ферментов процесс сушки является критическим этапом технологии получения стабильной лекарственной или пищевой субстанции [2].

Влага в панкреатине присутствует в свободной, осмотически связанной и адсорбционно-связанной формах [3]. На первой стадии сушки удаляется свободная влага, далее процесс ограничивается внутренней диффузией связанной воды, что описывается диффузионными моделями тепло- и массообмена [4]. Чрезмерное обезвоживание может приводить к нарушению гидратационной оболочки белков и снижению ферментативной активности [5, 6]. Поэтому при разработке режима сушки необходимо учитывать требования к остаточной влажности и сохранению активности ферментов.

Стабильность панкреатина регулируется нормативными документами. В фармакопейной статье «Панкреатин» (Государственная фармакопея Российской Федерации, действующее издание) устанавливаются требования к показателям активности, а также к влажности и условиям хранения [7].

Для пищевых ферментных препаратов применяются требования ГОСТ 34440-2018 и ГОСТ 34430-2018 [8, 9]. Контроль активности после сушки является обязательным этапом оценки качества.

Температурное воздействие при сушке должно быть минимизировано, поскольку повышение температуры ускоряет процессы денатурации белков и инактивации ферментов. Скорость инактивации возрастает экспоненциально с увеличением температуры и описывается кинетикой Аррениуса [10], поэтому предпочтительными являются щадящие методы обезвоживания.

В промышленной практике применяются конвективная, вакуумная, распылительная и сублимационная сушка [11]. Сублимационная сушка рассматривается как один из наиболее щадящих методов обезвоживания ферментных препаратов, предусматривающий замораживание сырья и последующую субли-

мацию льда при пониженном давлении. Данный метод позволяет снизить воздействие повышенных температур на ферментный комплекс и тем самым создать условия для лучшего сохранения его функциональных свойств. Распылительная сушка характеризуется высокой производительностью, однако требует строгого контроля температурных режимов во избежание частичной инактивации ферментного комплекса [11].

В работе Кененбай Г.С. и соавторов [12] исследовали сублимационную сушку желчи КРС; продолжительность процесса составляла 40-48 ч. Авторами были определены реологические и термодинамические показатели желчи, рациональные параметры сублимационной сушки и сроки хранения.

В исследовании Чанг Б.С. и соавторов [13] приведены оптимальные показатели при сублимационной сушке поджелудочной железы свиней и описаны параметры хранения эластазы. Вместе с тем результаты исследований различных видов ферментного сырья не могут быть непосредственно перенесены на говяжий панкреатин вследствие различий в составе сырья, структуре ферментного комплекса и его чувствительности к воздействию температуры и давления.

Таким образом, существующие исследования подтверждают эффективность сублимационной сушки для сохранения свойств ферментного сырья, однако влияние совокупности технологических параметров, включая температуру, давление, продолжительность процесса и толщину слоя материала, на остаточную влажность и уровень ферментативной активности говяжьего панкреатина изучено недостаточно. Научный пробел заключается в отсутствии комплексной оценки взаимосвязи указанных факторов с показателями качества высушенного панкреатина и статистического обоснования их влияния.

Целью настоящего исследования является установление влияния температуры, давления, продолжительности сублимационной сушки и толщины слоя говяжьего панкреатина на остаточную влажность и уровень амилолитической и протеолитической активности, а также определение рациональной области технологических параметров процесса.

Для достижения поставленной цели были сформулированы следующие задачи:

1. исследовать влияние температуры и давления сублимационной сушки на уровень ферментативной активности говяжьего панкреатина;
2. определить влияние продолжительности сушки и толщины слоя материала на остаточную влажность получаемого препарата;
3. оценить статистическую значимость влияния температуры и абсолютного давления, а также их взаимодействия на ферментативную активность;
4. определить рациональное сочетание параметров сублимационной сушки, обеспечивающее достижение целевой остаточной влажности при сохранении высокой ферментативной активности.

Материалы и методы. Поджелудочные железы крупного рогатого скота, выращенного в Республике Казахстан, получали после промышленного убоя животных на мясоперерабатывающем предприятии «СРН Алматы» (г. Алматы, Республика Казахстан). Для исследования отбирали 20 поджелудочных желёз общей массой 9,7 кг. Поджелудочные железы объединяли в одну партию сырья, поэтому отдельные железы не рассматривались как независимые биологические экспериментальные единицы. Полученные результаты характеризуют влияние исследованных параметров сублимационной сушки в пределах данной объединённой партии сырья.

Объединённое сырьё замораживали до температуры −4…-6 °C в портативной автомобильной холодильной камере Foodatlas FA-35 Eco (Китай). Температуру сырья контролировали с использованием портативного термометра Testo 105 (Германия), диапазон измерения которого составлял 50…+275 °C, разрешение- 0,1 °C, точность - ±0,5 °C.

После замораживания объединённую партию сырья подвергали технологической подготовке в соответствии с технологией, описанной в патенте на полезную модель № 12065 «Способ получения панкреатина из поджелудочной железы крупного рогатого скота» [14]. После получения ферментного материала его тщательно перемешивали и распределяли на отдельные экспериментальные образцы, предназначенные для сублимационной сушки при различных сочетаниях температуры и давления.

Сублимационную сушку проводили на сублимационной сушилке QTN-6 (Китай). Исследовали влияние температуры в диапазоне от −20 до −50 °C и абсолютного давления 10, 100 и 200 Па.

В исследовании оценивали четыре технологических параметра: температуру, абсолютное давление, продолжительность сушки и толщину слоя. Влияние температуры и давления на ферментативную активность анализировали методом двухфакторного ANOVA, тогда как зависимость остаточной влажно-

сти от продолжительности процесса и толщины слоя оценивали графически.

Для определения рационального режима продолжительность сушки изменяли в диапазоне 12-14 ч, а толщину слоя −4-6 мм.

Указанные значения температуры и давления представляли собой фактические экспериментальные уровни, использованные для оценки влияния параметров процесса, а не технический диапазон регулирования оборудования.

Амилолитическую активность определяли по ГОСТ 34440-2018 «Ферментные препараты для пищевой промышленности. Методы определения амилолитической активности» [8]. Применяли следующие реактивы: растворы соляной кислоты, крахмала и йода. Степень гидролиза крахмала под воздействием ферментов амилолитического комплекса до декстринов различной молекулярной массы оценивали при помощи спектрофотометра производства Agilent Technologies (США) с программным обеспечением Cary WinUV и спектральным диапазоном от 190 до 1100 нм. Количество прогидролизованного крахмала определяли колориметрическим методом по разнице между интенсивностью окраски с раствором йода исходного и остаточного крахмала. Амилолитическую активность для препаратов термостабильной α-амилазы $AA_{б.т.}$, ед. АА/г, вычисляли по формуле:

$$AA_{\text{б.т.}} = 6,6138 \cdot \text{С} - 0,0192 \cdot \frac{d}{n} \qquad (1)$$

где $6,6138$; $0,0192$- коэффициенты, полученные при математической обработке зависимости массы прогидролизованного крахмала от массы фермента, взятого на анализ, в пересчете на 1 ч действия фермента; С – степень гидролиза крахмала; n – масса ферментного препарата с учетом разведения, взятая на анализ, г; d – плотность ферментного препарата, определенная по ГОСТ 18995.1, г/см^3.

Вычисления проводили до первого десятичного знака с последующим округлением до целого числа, так как полученное значение амилолитической активности было более 100 ед. АА/г.

Протеолитическую активность определяли по ГОСТ 34430-2018 «Ферментные препараты для пищевой промышленности. Методы определения протеолитической активности» [9]. Применяли следующие реактивы: растворы трихлоруксусной (ТХУ), соляной, ортофосфорной, уксусной, борной кислот.

Протеолитическую активность ферментного препарата, ед. ПА/г вычисляли по формуле:

$$\text{ПА} = \frac{D \cdot 4}{\text{ТЭ} \cdot 10 \cdot m \cdot d} \qquad (2)$$

где D - оптическая плотность; 4 - коэффициент, учитывающий степень разведения раствора фермента, взятого на анализ, после добавления ТХУ; ТЭ - тирозиновый эквивалент, соответствующий оптической плотности 1 мкмоль тирозина и определяемый по градуировочному графику; 10 - время гидролиза субстрата, мин; m - масса ферментного препарата, взятая на анализ (расчет на 1 см3 рабочего раствора ферментного препарата), г; d - плотность ферментного препарата, определенная по ГОСТ 18995.1 (для жидких препаратов), г/см3.

Для каждого сочетания температуры и абсолютного давления проводили три независимых экспериментальных опыта. Полученные образцы анализировали в аналитических повторностях.

Остаточную влажность говяжьего панкреатина определяли гравиметрическим методом высушивания до постоянной массы. Для анализа отбирали навеску массой 5,00 ± 0,01 г, помещали в предварительно высушенные и взвешенные бюксы и высушивали в сушильном шкафу при температуре 105 ± 2 °С. Высушивание проводили до достижения постоянной массы с периодическим охлаждением образца в эксикаторе и последующим взвешиванием. Постоянную массу считали достигнутой при разнице между двумя последовательными взвешиваниями не более 0,01 г. Определение проводили в трёх аналитических повторностях.

Массовую долю остаточной влаги рассчитывали по формуле:

$$W = \left[\frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0}\right] \times 100\% \qquad (3)$$

где W- массовая доля остаточной влаги, %; m_0 — масса пустого бюкса, г; m_1 - масса бюкса с навеской до высушивания, г; m_2 - масса бюкса с образцом после высушивания до постоянной массы, г.

Полученные значения использовали для оценки влияния продолжительности сублимационной сушки и толщины слоя на степень обезвоживания панкреатина. Целевым диапазоном остаточной влажности считали 5-7 %.

Липолитическую активность в настоящей работе не определяли, поскольку исследование было сфокусировано на амилолитической и протеолитической активностях. Это является ограничением, поскольку панкреатин представляет собой многокомпонентный ферментный препарат, включающий также липазу.

Статистическую обработку результатов проводили с учётом экспериментального дизайна. Для оценки влияния температуры и давления на ферментативную активность применяли двухфакторный дисперсионный анализ (two-way ANOVA), включавший основные эффекты факторов «температура» и «давление», а также их взаимодействие «температура × давление». При выявлении статистически значимых различий выполняли множественные попарные сравнения с использованием критерия Тьюки (Tukey HSD). Для характеристики величины эффекта оценивали частичную η^2. Статистически значимыми считали различия при $p < 0,05$.

Перед проведением дисперсионного анализа оценивали соответствие данных основным предпосылкам модели, включая нормальность распределения остатков и однородность дисперсий. Результаты представляли в виде средних значений и соответствующих показателей вариабельности.

Исследуемыми факторами являлись продолжительность процесса и толщина слоя, а откликом — остаточная влажность ферментного препарата. Полученный диапазон рациональных параметров оценивали по достижению целевого уровня влажности 5–7 %.

Животные не подвергались убою специально для исследования; использовали ткани, полученные после промышленного убоя, поэтому процедуры на живых животных не проводились. Отбор и обращение с сырьём осуществляли в соответствии с ветеринарно-санитарными требованиями предприятия.

Результаты и обсуждение. В результате исследования определены основные параметры процесса сублимационной сушки говяжьего панкреатина, полученного из поджелудочной железы крупного рогатого скота, включая температуру, давление, продолжительность процесса и толщину слоя ферментного материала. В качестве основных функциональных откликов процесса рассматривали амилолитическую и протеолитическую активности, а в качестве технологического показателя - остаточную влажность препарата.

Графическое представление влияния температуры и давления на амилолитическую активность говяжьего панкреатина при сублимационной сушке приведено на рисунке 1.

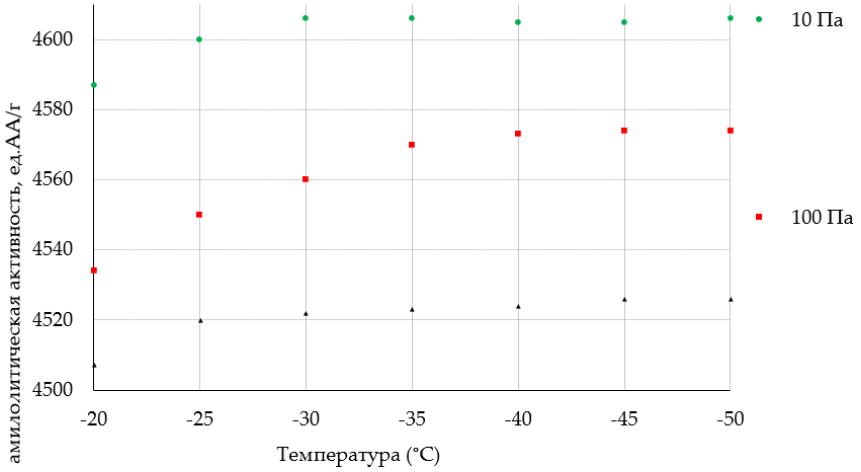

Рис. 1 - Влияние температуры и абсолютного давления на амилолитическую активность говяжьего панкреатина при сублимационной сушке

На рисунке 1 представлены значения амилолитической активности говяжьего панкреатина при температурах от −20 до −50 °C и абсолютном давлении 10, 100 и 200 Па. При давлении 10 Па амилолитическая активность увеличивалась с 4587 ед. АА/г при −20 °C до 4606 ед. АА/г при −50 °C, что соответствовало увеличению примерно на 0,41 %. Наиболее выраженное различие наблюдалось при переходе от −20 к −30 °C, после чего изменения показателя были небольшими. При давлении 100 Па активность возрастала с 4534 до 4574 ед. АА/г, то есть примерно на 0,88 %, а при 200 Па - с 4507 до 4526 ед. АА/г, то есть примерно на 0,42 %. При −50 °C активность при 10 Па составляла 4606 ед. АА/г, что на 0,70 % выше значения при 100 Па (4574 ед. АА/г) и примерно на 1,77 % выше значения при 200 Па (4526 ед. АА/г). Таким образом, наиболее высокие значения амилолитической активности наблюдались при абсолютном давлении 10 Па.

Наблюдаемая зависимость может быть связана с изменением условий тепло- и массообмена при

снижении абсолютного давления. Однако непосредственные механизмы влияния давления на сохранность ферментативной активности в настоящей работе не исследовались.

Для количественной оценки влияния факторов был выполнен двухфакторный дисперсионный анализ, результаты которого представлены в таблице 1.

Таблица 1 – Двухфакторный дисперсионный анализ влияния температуры и давления на амилолитическую активность говяжьего панкреатина при сублимационной сушке

Источник вариации	Сумма квадратов (SS)	df	Средний квадрат (MS)	F	p	Частичная η^2
Температура	$4{,}68 \times 10^3$	6	$7{,}80 \times 10^2$	14,62	<0,001	0,676
Давление	$6{,}97 \times 10^4$	2	$3{,}49 \times 10^4$	653,0	<0,001	0,969
Температура × Давление	$1{,}13 \times 10^3$	12	$9{,}44 \times 10^1$	1,77	0,086	0,336
Остаточная дисперсия	$2{,}24 \times 10^3$	42	$5{,}33 \times 10^1$	–	–	–

Двухфакторный дисперсионный анализ показал (таблица 1) статистически значимое влияние температуры на амилолитическую активность говяжьего панкреатина ($F = 14{,}62$; $p < 0{,}001$; частичная $\eta^2 = 0{,}676$). Следовательно, изменение температурного режима сопровождалось статистически значимыми изменениями исследуемого показателя. При этом фактор «давление» характеризовался значительно более выраженным эффектом ($F = 653{,}0$; $p < 0{,}001$; частичная $\eta^2 = 0{,}969$). Значение частичной η^2 свидетельствует о доминирующем вкладе давления в вариабельность амилолитической активности в рамках исследованной факторной модели.

Взаимодействие факторов «температура × давление» статистически значимым не являлось ($F = 1{,}77$; $p = 0{,}086$; частичная $\eta^2 = 0{,}336$). Это означает, что статистических оснований считать характер температурного эффекта принципиально различным при исследованных уровнях давления не получено. Таким образом, основным фактором, определяющим изменение амилолитической активности говяжьего панкреатина в исследованном диапазоне условий сублимационной сушки, являлось давление, тогда как температура также оказывала значимое, но менее выраженное влияние.

Для уточнения различий между температурными уровнями выполнен пост-хок анализ по критерию Тьюки (таблица 2).

Таблица 2 – Множественные сравнения температурных уровней по критерию Тьюки для амилолитической активности говяжьего панкреатина при сублимационной сушке

Группа 1	Группа 2	Разность средних (Г2–Г1)	p (Тьюки, скорр.)	Нижняя граница 95% ДИ	Верхняя граница 95% ДИ	Различия значимы (α=0,05)
−20	−25	10,33	0,241	−4,52	25,18	нет
−20	−30	15,78	0,038	0,93	30,63	да
−20	−35	18,89	0,010	4,04	33,74	да
−20	−40	20,11	0,006	5,26	34,96	да
−20	−45	20,56	0,005	5,71	35,41	да
−20	−50	21,22	0,004	6,37	36,07	да
−25	−30	5,44	0,865	−9,41	20,29	нет
−25	−35	8,56	0,512	−6,29	23,41	нет
−25	−40	9,78	0,420	−5,07	24,63	нет
−25	−45	10,22	0,368	−4,63	25,07	нет

Группа 1	Группа 2	Разность средних (Г2–Г1)	p (Тьюки, скорр.)	Нижняя граница 95% ДИ	Верхняя граница 95% ДИ	Различия значимы (α=0,05)
−25	−50	10,89	0,309	−3,96	25,74	нет
−30	−35	3,11	0,983	−11,74	17,96	нет
−30	−40	4,33	0,946	−10,52	19,18	нет
−30	−45	4,78	0,925	−10,07	19,63	нет
−30	−50	5,44	0,865	−9,41	20,29	нет
−35	−40	1,22	0,999	−13,63	16,07	нет
−35	−45	1,67	0,998	−13,18	16,52	нет
−35	−50	2,33	0,995	−12,52	17,18	нет
−40	−45	0,44	1,000	−14,41	15,29	нет
−40	−50	1,11	0,999	−13,74	15,96	нет
−45	−50	0,67	1,000	−14,18	15,52	нет

Результаты критерия Тьюки показали (таблица 2), что статистически значимые различия преимущественно наблюдались между температурой −20 °C и более низкими температурными уровнями. Достоверные различия выявлены между −20 и −30 °C (p = 0,038), −20 и −35 °C (p = 0,010), −20 и −40 °C (p = 0,006), −20 и −45 °C (p = 0,005), а также −20 и −50 °C (p = 0,004). Разность средних при этих сравнениях составляла от 15,78 до 21,22 ед. АА/г.

В то же время сравнения между уровнями −25 и −50 °C не выявили статистически значимых различий (p> 0,05). Доверительные интервалы для этих сравнений включали нулевое значение. Таким образом, после перехода от −20 °C к более низким температурам дальнейшее снижение температуры не сопровождалось статистически значимыми различиями между большинством исследованных уровней.

Следовательно, температурный эффект на амилолитическую активность преимущественно проявлялся при переходе от −20 °C к диапазону −30…-50 °C, тогда как внутри диапазона −25…-50 °C значения активности были статистически сопоставимыми. Это позволяет рассматривать диапазон более низких температур как область относительной стабилизации амилолитической активности.

Множественные сравнения уровней давления по критерию Тьюки представлены в таблице 3.

Таблица 3 – Множественные сравнения уровней давления по критерию Тьюки для амилолитической активности говяжьего панкреатина при сублимационной сушке

Группа 1	Группа 2	Разность средних (Г2–Г1)	p (Тьюки, скорр.)	Нижняя граница 95% ДИ	Верхняя граница 95% ДИ	Различия значимы (α = 0,05)
10	100	−32,76	<0,001	−37,85	−27,67	да
10	200	−69,57	<0,001	−74,66	−64,48	да
100	200	−36,81	<0,001	−41,90	−31,72	да

Пост-хок анализ выявил статистически значимые различия между всеми исследованными уровнями давления (p <0,001); наибольшая разница отмечена между 10 и 200 Па (таблица 3).

Для графической оценки зависимости остаточной влажности от продолжительности сублимационной сушки и толщины слоя материала построена трёхмерная поверхность отклика (рисунок 2).

В исследованной области параметров достижение целевого уровня остаточной влажности 5-7 % наблюдалось при продолжительности процесса 12-14 ч и толщине слоя 4-6 мм (рисунок 2). Увеличение продолжительности сублимационной сушки сопровождалось снижением остаточной влажности, тогда как увеличение толщины слоя замедляло удаление влаги вследствие увеличения пути массопереноса. Полученный диапазон 12-14 ч и 4-6 мм может

рассматриваться как рациональная область параметров в пределах исследованного экспериментального дизайна. При этом окончательный выбор режима должен учитывать одновременно остаточную влажность и ферментативную активность.

Результаты исследования влияния температуры и давления на протеолитическую активность говяжьего панкреатина при сублимационной сушке представлены на рисунке 3.

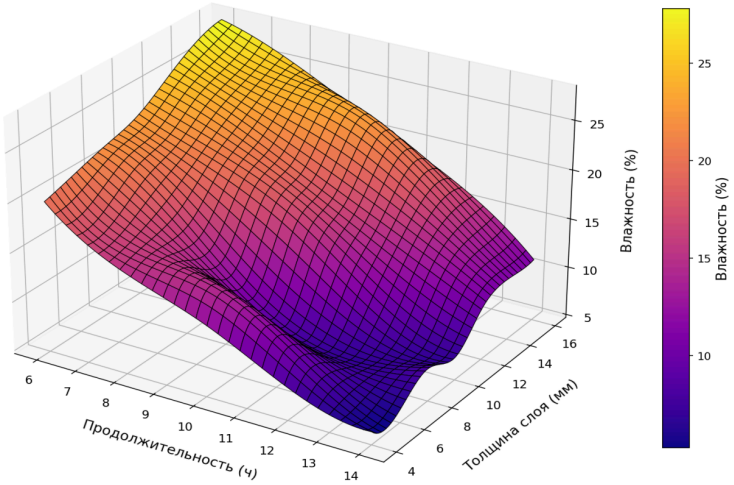

Рис. 2 - Зависимость остаточной влажности от продолжительности сублимационной сушки и толщины слоя говяжьего панкреатина

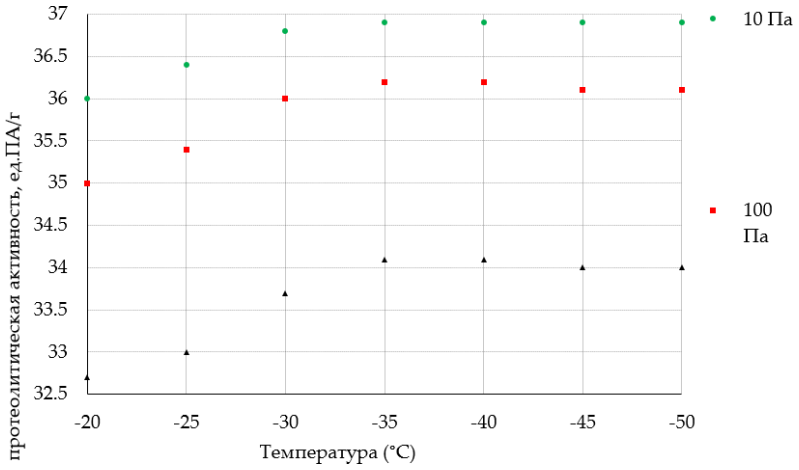

Рис. 3 - Влияние температуры и абсолютного давления на протеолитическую активность говяжьего панкреатина при сублимационной сушке

На рисунке 3 представлены значения протеолитической активности при температурах от −20 до −50 °C и давлениях 10, 100 и 200 Па. В целом наблюдалась тенденция к повышению протеолитической активности при переходе от −20 °C к более низким температурам, после чего показатель стабилизировался. При давлении 10 Па протеолитическая активность увеличивалась с 36,0 ед. ПА/г при −20 °C до 36,9 ед. ПА/г в диапазоне 35…-50 °C. При давлении 100 Па показатель возрастал с 35,0 ед. ПА/г при −20 °C до 36,2 ед. ПА/г при −35…-40 °C, после чего несколько снижался и стабилизировался на уровне около 36,1 ед. ПА/г при −45… −50 °C. При давлении 200 Па значения протеолитической активности были ниже и изменялись от 32,7 ед. ПА/г при −20 °C до 34,1 ед. ПА/г при −35…-40 °C, после чего практически не изменялись и составляли около 34,0 ед. ПА/г при дальнейшем снижении температуры. Таким образом, наиболее высокие значения протеолитической активности наблюдались при давлении 10 Па и температуре −35…-50 °C. Одновременно повышение давления от 10 до 200 Па сопровождалось снижением протеолитической активности.

Для количественной оценки влияния исследуемых факторов был выполнен двухфакторный дисперсионный анализ (таблица 4).

Таблица 4 - Двухфакторный дисперсионный анализ влияния температуры и давления на протеолитическую активность говяжьего панкреатина при сублимационной сушке

Источник вариации	Сумма квадратов (SS)	df	Средний квадрат (MS)	F	p	Частичная η^2
Температура	$1{,}42 \times 10^{1}$	6	2,37	$2{,}27 \times 10^{2}$	<0,001	0,970
Давление	$1{,}17 \times 10^{0}$	2	$5{,}86 \times 10^{-1}$	$5{,}60 \times 10^{1}$	<0,001	0,727
Температура × Давление	$1{,}24 \times 10^{0}$	12	$1{,}03 \times 10^{-1}$	9,87	<0,001	0,738
Остаточная дисперсия	$4{,}40 \times 10^{-1}$	42	$1{,}05 \times 10^{-2}$	–	–	–

Дисперсионный анализ показал (таблица 4) статистически значимое влияние температуры на протеолитическую активность ($F = 227$; $p < 0{,}001$; частичная $\eta^2 = 0{,}970$). Фактор «давление» также оказывал статистически значимое влияние ($F = 56{,}0$; $p < 0{,}001$; частичная $\eta^2 = 0{,}727$). Наиболее существенным результатом являлось статистически значимое взаимодействие факторов «температура × давление» ($F = 9{,}87$; $p < 0{,}001$; частичная $\eta^2 = 0{,}738$). Это свидетельствует о том, что влияние температуры на протеолитическую активность зависело от установленного уровня давления. Следовательно, интерпретировать влияние температуры и давления исключительно как независимые эффекты в данном случае недостаточно: изменение одного фактора сопровождалось изменением характера действия другого. Сравнительно высокая величина частичной η^2 для температуры (0,970) указывает на очень сильный эффект этого фактора в рамках использованной статистической модели. Вместе с тем значимое взаимодействие с давлением показывает, что выраженность температурного эффекта неодинакова при различных уровнях абсолютного давления.

Для уточнения различий между температурными уровнями выполнены множественные сравнения по критерию Тьюки (таблица 5).

Таблица 5 - Множественные сравнения температурных уровней по критерию Тьюки для протеолитической активности говяжьего панкреатина при сублимационной сушке

Группа 1	Группа 2	Разность средних (Г2–Г1)	p (Тьюки, скорр.)	Нижняя граница 95% ДИ	Верхняя граница 95% ДИ	Различия значимы (α=0,05)
−20	−25	0,73	0,412	−0,42	1,88	нет
−20	−30	1,03	0,148	−0,12	2,18	нет
−20	−35	1,10	0,121	−0,05	2,25	нет
−20	−40	1,05	0,139	−0,10	2,20	нет
−20	−45	1,12	0,110	−0,03	2,27	нет
−20	−50	1,20	0,084	0,05	2,35	нет
−25	−30	0,30	0,962	−0,85	1,45	нет
−25	−35	0,37	0,934	−0,78	1,52	нет
−25	−40	0,32	0,955	−0,83	1,47	нет
−25	−45	0,39	0,928	−0,76	1,54	нет
−25	−50	0,47	0,881	−0,68	1,62	нет
−30	−35	0,07	1,000	−1,08	1,22	нет
−30	−40	0,02	1,000	−1,13	1,17	нет
−30	−45	0,09	0,999	−1,06	1,24	нет
−30	−50	0,17	0,996	−0,98	1,32	нет

Группа 1	Группа 2	Разность средних (Г2–Г1)	p (Тьюки, скорр.)	Нижняя граница 95% ДИ	Верхняя граница 95% ДИ	Различия значимы (α=0,05)
−35	−40	−0,05	1,000	−1,20	1,10	нет
−35	−45	0,02	1,000	−1,13	1,17	нет
−35	−50	0,10	0,999	−1,05	1,25	нет
−40	−45	0,07	1,000	−1,08	1,22	нет
−40	−50	0,15	0,997	−1,00	1,30	нет
−45	−50	0,08	1,000	−1,07	1,23	нет

Как видно из таблицы 5, при попарных сравнениях температурных уровней после поправки Тьюки статистически значимых различий не выявлено ни для одной пары при уровне значимости α = 0,05.

Наиболее близким к порогу статистической значимости являлось сравнение −20 и −50 °C (p = 0,084), однако это значение также не достигает принятого уровня значимости.

Таким образом, при наличии статистически значимого общего эффекта температуры по данным двухфакторного ANOVA отдельные маргинальные попарные сравнения температурных уровней не выявили значимых различий после поправки на множественные сравнения. Поскольку взаимодействие факторов «температура × давление» было статистически значимым (p <0,001), интерпретацию температурного эффекта следует проводить с учётом уровня абсолютного давления. Поэтому результаты маргинального критерия Тьюки не следует рассматривать как самостоятельное подтверждение отсутствия температурного влияния. Для более детальной характеристики взаимодействия целесообразно дополнительно оценивать простые эффекты температуры при каждом уровне давления.

Результаты множественного сравнительного анализа уровней давления представлены в таблице 6.

Таблица 6 - Множественные сравнения уровней давления по критерию Тьюки для протеолитической активности говяжьего панкреатина при сублимационной сушке

Группа 1	Группа 2	Разность средних (Г2–Г1)	p (Тьюки, скорр.)	Нижняя граница 95% ДИ	Верхняя граница 95% ДИ	Различия значимы (α = 0,05)
10	100	−0,37	<0,001	−0,49	−0,25	да
10	200	−0,63	<0,001	−0,75	−0,51	да
100	200	−0,26	<0,001	−0,38	−0,14	да

Множественные сравнения показали статистически значимые различия между всеми уровнями давления (p <0,001). Наибольшая разность средних наблюдалась между 10 и 200 Па и составляла −0,63 ед.ПА/г. Статистически значимыми также являлись различия между 10 и 100 Па (-0,37 ед.ПА/г) и между 100 и 200 Па (-0,26 ед.ПА/г). Для всех сравнений 95 %-ные доверительные интервалы не включали нулевое значение. Таким образом, характер влияния температуры и давления зависел от вида ферментативной активности. Для амилолитической активности доминирующим фактором являлось давление, тогда как для протеолитической активности статистически значимыми были температура, давление и их взаимодействие.

Практическая значимость результатов. Практическая значимость исследования заключается в возможности использования установленной рациональной области параметров при разработке технологического режима сублимационной сушки говяжьего панкреатина. Результаты позволяют учитывать влияние температуры и абсолютного давления на ферментативную активность, а продолжительности процесса и толщины слоя - на остаточную влажность. Полученная область требует последующей технологической верификации.

Выводы. В исследованном диапазоне температура и абсолютное давление статистически значимо влияли на ферментативные показатели, однако характер их действия зависел от вида активности.

Для амилолитической активности наиболее выраженным фактором являлось давление ($F = 653,0$; $p < 0,001$; частичная $\eta^2 = 0,969$), тогда как взаимодействие «температура × давление» статистически значимым не было. Для протеолитической активности статистически значимыми были температура, давление и их взаимодействие ($p < 0,001$).

Наиболее высокие наблюдаемые значения обеих ферментативных активностей отмечались при абсолютном давлении 10 Па; для протеолитической активности наиболее высокие значения при отдельных сочетаниях факторов наблюдались в диапазоне −35…-50 °C.

Увеличение продолжительности сублимационной сушки снижало остаточную влажность, тогда как увеличение толщины слоя замедляло удаление влаги. В исследованных условиях достижение целевого уровня остаточной влажности 5-7 % соответствовало продолжительности 12-14 ч и толщине слоя 4-6 мм.

На основании совокупной оценки уровня ферментативной активности и остаточной влажности рациональной областью условий в пределах исследованного экспериментального дизайна определено сочетание температуры −35…-50 °C, абсолютного давления 10 Па, продолжительности 12-14 ч и толщины слоя 4-6 мм.

Ограничением исследования является использование одной объединённой партии сырья, отсутствие оценки липолитической активности и независимого подтверждающего эксперимента на дополнительных партиях сырья. Три независимых экспериментальных опыта для каждого сочетания температуры и абсолютного давления характеризовали воспроизводимость технологических условий, но не межпартийную биологическую вариабельность сырья. Для окончательного технологического обоснования режима необходимы независимая верификация полученной рациональной области на дополнительных партиях сырья, определение процента сохранения исходной ферментативной активности и проведение формализованной многокритериальной оптимизации.

Финансирование. *Данные исследования выполнялись в рамках проекта «Разработка высокоэффективной технологии получения панкреатина с целью производства экспортоориентированной продукции», научно-технической программы на 2024-2026 годы «Разработка технологии комплексной и глубокой переработки сельскохозяйственного сырья для производства продуктов питания, обеспечивающие высокое качества и безопасности выпускаемой продукции» BR24892775, финансируемой МСХ РК.*

Литература

1. Whitcomb D.C., Lowe M.E. Human Pancreatic Digestive Enzymes // Digestive Diseases and Sciences-2007.-Vol.52.-P.1-17. DOI 10.1007/s10620-006-9589-z.
2. Ahmad I., Tabassum H., Ahmad A., Kuddus M. Food enzymes in pharmaceutical industry: Perspectives and limitations //In Enzymes in Food Technology. −2018.-P.41- 62. DOI 10.1007/978-981-13-1933-4_3.
3. Kumar A., Dhiman S., B. Krishan, M. Samtiya,et.al. Microbial enzymes and major applications in the food industry: A concise review //Food Prod. Process. Nutr. −2024. -Vol.6(85). -P.1-16. DOI 10.1186/s43014-00261-5.
4. Ермаханов М. Н., Сабденова У.О., Асылбекова Г. Т., Парманова Ж. Т., Куандыкова Э. Т., Еримбетова А. А. Ферменты//Международный журнал прикладных и фундаментальных исследований. −2016. -№ 3-1. -С.103-106.
5. Заболоцкая Е. Р. Получение ферментных субстанций из поджелудочной железы крупного рогатого скота//электронная библиотека. −2021. -С«. 111. U»RL: https://www.dissercat.com/content/poluchenie-fermentnykh-substantsii-iz-podzheludochnoi-zhelezy-krupnogo-rogatogo-skota. Дата обращения: 21.05.2026.
6. Sharma V., Tsai M.-L., Nargotra P., Chen C.-W., Kuo C.-H., Sun P.-P., & Dong C.-D. (2022). Agro-Industrial Food Waste as a Low-Cost Substrate for Sustainable Production of Industrial Enzymes: A Critical Review // Catalysts. −2022.-Vol.12(11): 1373. DOI 10.3390/catal12111373.
7. Государственная фармакопея Российской Федерации XV издания. -URL: https://pharmacopoeia.regmed.ru/pharmacopoeia/izdanie-15/. -Дата обращения: 21.05.2026.
8. ГОСТ 34440–2018 «Ферментные препараты для пищевой промышленности. Методы определения амилолитической активности»//М.: Стандартинформ. 2018

9. ГОСТ 34430–2018 «Ферментные препараты для пищевой промышленности. Методы определения протеолитической активности»//М.: Стандартинформ. 2018
10. Электронная библиотека учебных материалов по химии. -URL: https://www.chem.msu.ru/rus/elibrary/nobel/1903-Arrhenius.html Дата обращения: 21.05.2026.
11. Ratti C. Hot air and freeze-drying of high-value foods: a review//Journal of Food Engineering. −2001.-Vol. 49(4). -P. 311-319. DOI 10.1016/S0260-8774(00)00228-4.
12. Кененбай Г.С., Чоманов У.Ч., Омиржанова Б.Б., Татиева А.Н.Сублимационная сушка желчи крупного рогатого скота//Все о мясе. 2022. -№ 6. DOI 10.21323/2071-2499-2022-6-58-62.
13. Chang B.S., Randall C.S. & Lee Y.S. Stabilization of Lyophilized Porcine Pancreatic Elastase //Pharm Res.-1993.-Vol.10.-P.1478-1483. DOI 10.1023/a:1018979410338.
14. Патент на полезную модель РК № 12065 от 17.04.2026. Способ получения панкреатина из поджелудочной железы крупного рогатого скота \// Кененбай Г.С., Чоманов У., Турсунов А.А. опубл. 17.04.2026. −4 С.

References

1. Whitcomb D.C., Lowe M.E. Human Pancreatic Digestive Enzymes // Digestive Diseases and Sciences-2007.-Vol.52.-P.1-17. DOI 10.1007/s10620-006-9589-z.
2. Ahmad I., Tabassum H., Ahmad A., Kuddus M. Food enzymes in pharmaceutical industry: Perspectives and limitations //In Enzymes in Food Technology. −2018.-P.41- 62. DOI 10.1007/978-981-13-1933-4_3.
3. Kumar A., Dhiman S., B. Krishan, M. Samtiya,et.al. Microbial enzymes and major applications in the food industry: A concise review //Food Prod. Process. Nutr. −2024. -Vol.6(85). -P.1-16. DOI 10.1186/s43014-00261-5.
4. Ermahanov M. N., Sabden ova U.O., Asylbekova G. T., Parmanova Zh. T., Kuandykova Je. T., Erimbetova A. A. Fermenty//Mezhdunarodnyj zhurnal prikladnyh i fundamental'nyh issledovanij. −2016. -№ 3-1. -S.103-106. [in Russian]
5. Zabolockaja E. R. Poluchenie fermentnyh substancij iz podzheludochnoj zhelezy krupnogo rogatogo skota// jelektronnaja biblioteka. −2021. -S«.
6. U«RL: https://www.dissercat.com/content/poluchenie-fermentnykh-substantsii-iz-podzheludochnoi-zhelezy-krupnogo-rogatogo-skota. Data obrashhenija: 21.05.2026. [in Russian]
7. Sharma V., Tsai M.-L., Nargotra P., Chen C.-W., Kuo C.-H., Sun P.-P., & Dong C.-D. (2022). Agro-Industrial Food Waste as a Low-Cost Substrate for Sustainable Production of Industrial Enzymes: A Critical Review // Catalysts. −2022.-Vol.12(11): 1373. DOI 10.3390/catal12111373.
8. Gosudarstvennaja farmakopeja Rossijskoj Federacii XV izdanija. -URL: https://pharmacopoeia. regmed.ru/pharmacopoeia/izdanie-15/. -Data obrashhenija: 21.05.2026. [in Russian]
9. GOST 34440–2018 «Fermentnye preparaty dlja pishhevoj promyshlennosti. Metody opredelenija amilolitic heskoj aktivnosti»//M.: Standartinform. −2018[in Russian]
10. GOST 34430–2018 «Fermentnye preparaty dlja pishhevoj promyshlennosti. Metody opredelenija proteolitic heskoj aktivnosti»//M.: Standartinform. −2018[in Russian]
11. Jelektronnaja biblioteka uchebnyh materialov po himii. -URL: https://www.chem.msu.ru/rus/elibrary/nobel/1903-Arrhenius.html - Data obrashhenija: 21.05.2026. [in Russian]
12. Ratti C. Hot air and freeze-drying of high-value foods: a review//Journal of Food Engineering. −2001.-Vol. 49(4). -P. 311-319. DOI 10.1016/S0260-8774(00)00228-4.
13. Kenenbaj G.S., Chomanov U.Ch., Omirzhanova B.B., Tatieva A.N. Sublimacionnaja sushka zhelchi krupnogo rogatogo skota//Vse o mjase. 2022. -№ 6. DOI 10.21323/2071-2499-2022-6-58-62. [in Russian]
14. Chang B.S., Randall C.S. & Lee Y.S. Stabilization of Lyophilized Porcine Pancreatic Elastase //Pharm Res.-1993.-Vol.10.-P.1478-1483. DOI 10.1023/a:1018979410338.
15. Patent na poleznuju model' RK № 12065 ot 17.04.2026. Sposob poluchenija pankreatina iz podzheludochnoj zhelezy krupnogo rogatogo skota // Kenenbaj G.S., Chomanov U., Tursunov A.A. opubl. 17.04.2026. 4 C. [in Russian]

Сведения об авторах

Кененбай Г.С. - кандидат технических наук, асс. профессор, Алматинский филиал ТОО «Казахский научно-исследовательский институт перерабатывающей и пищевой промышленности», Алматы, Казахстан, e-mail: gkenenbay@mail.ru;

Чоманов У. - доктор технических наук, профессор, Алматинский филиал ТОО «Казахский научно-исследовательский институт перерабатывающей и пищевой промышленности», Алматы, Казахстан, e-mail: chomanov_u@mail.ru;

Турсунов А.А. - магистр с/х наук, Алматинский филиал ТОО «Казахский научно-исследовательский институт перерабатывающей и пищевой промышленности», Алматы, Казахстан,e-mail:alibektursunov@mail.ru

Information about the authors

Kenenbai G.S - Candidate of Technical Sciences, Associate Professor, Almaty Branch of the Kazakh Research Institute of Processing and Food Industry LLP, Almaty, Kazakhstan, e-mail: gkenenbay@mail.ru;

Chomanov U. - Doctor of Technical Sciences, Professor, Almaty Branch of the Kazakh Research Institute of Processing and Food Industry LLP, Almaty, Kazakhstan, e-mail: chomanov_u@mail.ru;

Tursunov A.A. - Master of Agricultural Sciences, Almaty Branch of the Kazakh Research Institute of Processing and Food Industry LLP, Almaty, Kazakhstan, e-mail: alibektursunov@mail.ru.